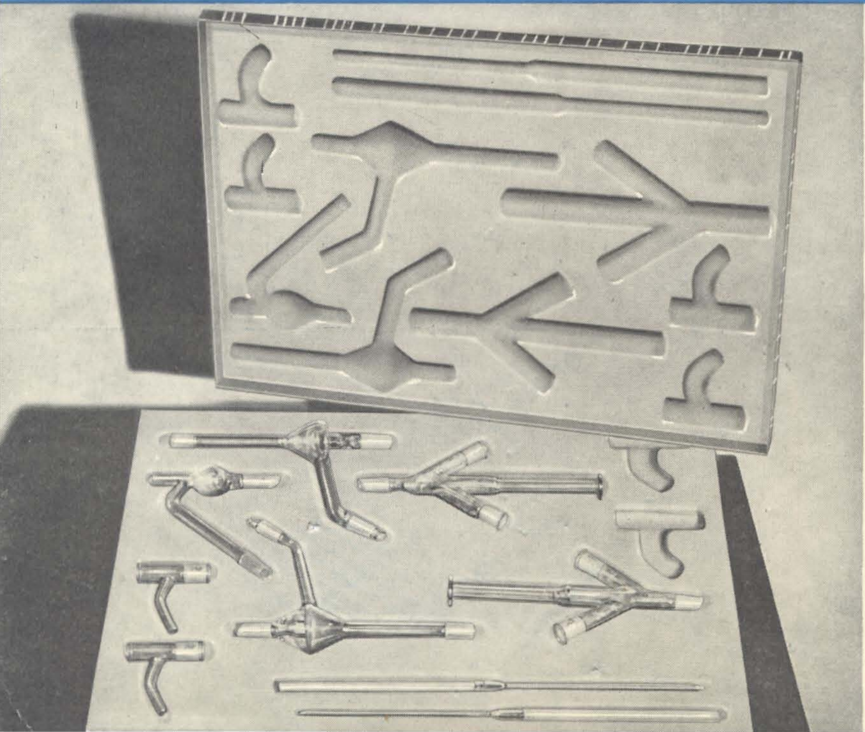
УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПОЛУМИКРОПРЕПАРИРОВАНИЯ

ПО НЕМЦУ



BOHEMIA
Glass
MADE IN CZECHOSLOVAKIA

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПОЛУМИКРОПРЕПАРИРОВАНИЯ

ПО НЕМЦУ

GLASSEXPORT

Развитие целого ряда научных и технических дисциплин подвергается в последнее время глубоким изменениям. Между прочим значительно расширяется также миниатюризация рабочих технологических процессов. Естественно, что от этого развития не отстает также экспериментальная химия, даже скорее наоборот. Ведь невозможно, например, работать с применением классических процессов в тех случаях, когда исходные вещества доступны лишь в ограниченных, небольших количествах (разные естественные вещества или субстанции, для получения которых в более крупном количестве необходим значительный расход времени, а также и непосильно высокие финансовые расходы и т. п.).

В экспериментальной органической химии требованию работы с небольшими количествами необходимо приспособить соответствующую инструментальную технику. Это можно привести либо путем миниатюризации существующих устройств (лишь до известной степени), либо путем применения нового оборудования, отличающегося по качеству от прежнего, или же с помощью комбинации обоих направлений.

Ниже описанное устройство построено на принципе комбинирования и это делает возможным плавный переход при использовании существующих устройств при препарировании как в макромасштабе, так и в полумикромасштабе и в микромасштабе. Под полумикропрепарированием или полумикропроцессом здесь подразумеваются химические, физические, а также и физико-химические процессы при обработке химических индивидов или смесей веществ в количествах порядка сотен миллиграммов, или небольшого количества граммов. (Иногда также указывают, например, 0,1—2 г, а также и 5 г вещества.) Это касается твердых или жидких субстанций. Сосуды для растворов таких количеств веществ в таких случаях естественно в соответствующей мере увеличены. Кроме того иногда бывает выгодным учитывать также смежные области объемов, граничащих с полумикропрепарированием.

Описываемое устройство является по существу комплектом стеклянных деталей, изготовленных с применением стандартизованных конических шлифов NZ 145/23 (в виде исключения 14,5/15). Основные детали дополнены наиболее необходимыми принадлежностями. Устройство предназначено прежде всего, но не исключительно, для препарирования в области органической химии в полумикромасштабе и в граничащих с ней областях, как для научных лабораторий, так и для соответствующих лабораторий высших учебных заведений (отсюда исходит стремление достигнуть известной универсальности и упрощения некоторых частей).

Как будет в дальнейшем подробно указано, отдельные части устройства можно составлять таким образом, что практически можно провести все обычные операции с небольшими количествами, имеющие место в препаративной органической химии и в смежных отраслях.

В дальнейшем будет приведен обзор составных частей комплекта в том виде, как его выпускает с 1963 г. национальное предприятие «Техническое стекло» в гор. Сазава (Чехословакия).

1.1	Колба каплевидная, емкость	5 мл	6 шт.
1.2	Колба каплевидная, емкость	10 мл	6 шт.
1.3	Колба каплевидная, емкость	20 мл	6 шт.
1.4	Колба каплевидная, емкость	30 мл	6 шт.
1.5	Колба каплевидная, емкость	50 мл	5 шт.
1.6	Колба каплевидная, емкость	100 мл	5 шт.

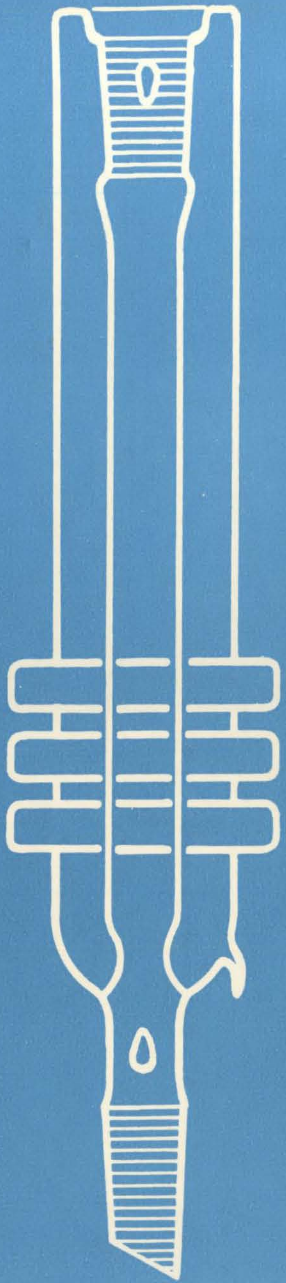
2.1	Колба сердцевидная, емкость	3 мл	6 шт.
2.2	Колба сердцевидная, емкость	5 мл	6 шт.
2.3	Колба сердцевидная, емкость	10 мл	6 шт.
2.4	Колба сердцевидная, емкость	20 мл	6 шт.
2.5	Колба сердцевидная, емкость	30 мл	6 шт.
2.6	Колба сердцевидная, емкость	50 мл	5 шт.
2.7	Колба сердцевидная, емкость	100 мл	5 шт.

3.1	Колба сердцевидная с тубусом, емкость	3 мл	5 шт.
3.2	Колба сердцевидная с тубусом, емкость	5 мл	5 шт.
3.3	Колба сердцевидная с тубусом, емкость	10 мл	6 шт.
3.4	Колба сердцевидная с тубусом, емкость	20 мл	6 шт.
3.5	Колба сердцевидная с тубусом, емкость	30 мл	5 шт.
3.6	Колба сердцевидная с тубусом, емкость	50 мл	5 шт.
3.7	Колба сердцевидная с тубусом, емкость	100 мл	5 шт.

4.1	Пробирка для центрифугирования, градуированная до 10 мл по 0,1 мл	30 шт.

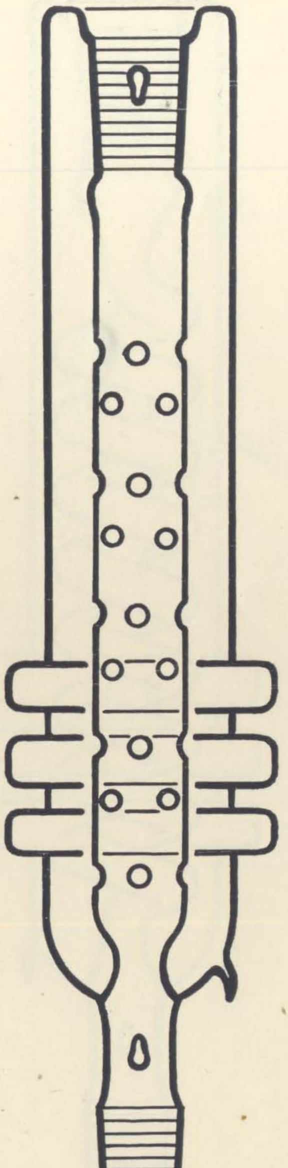
5.1	Сушильная трубка (хлорокальциевая трубка)	2 шт.

6.1



Ректификационная колонна с трубкой «КПГ»

1 шт.



6.2

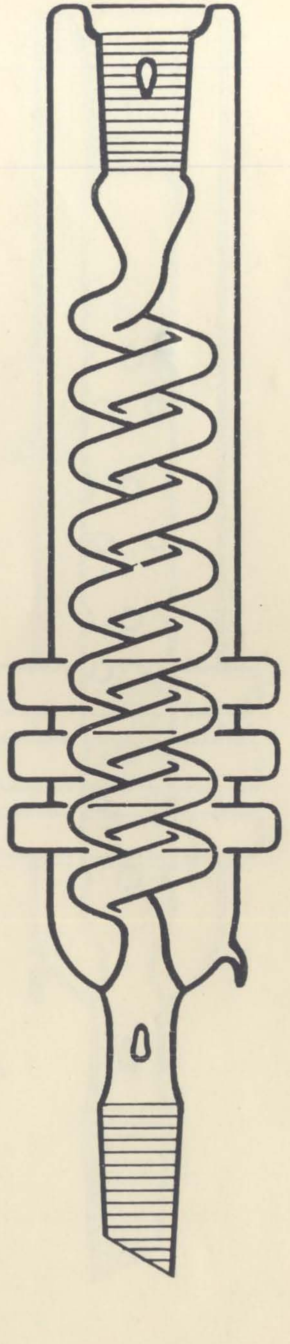
Ректификационная колонна вставная

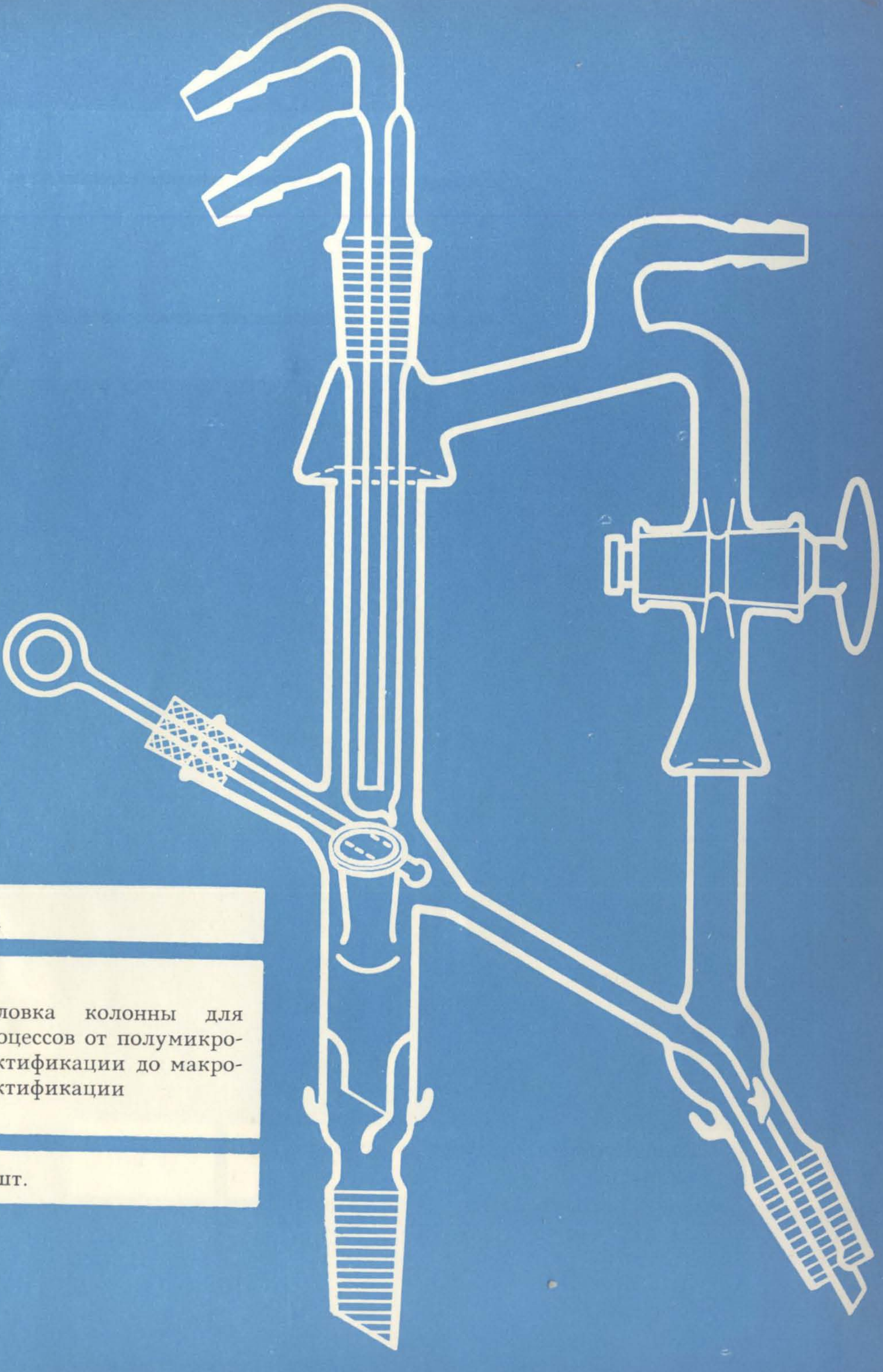
1 шт.

6.3

Ректификационная колонна Янцена

1 шт.



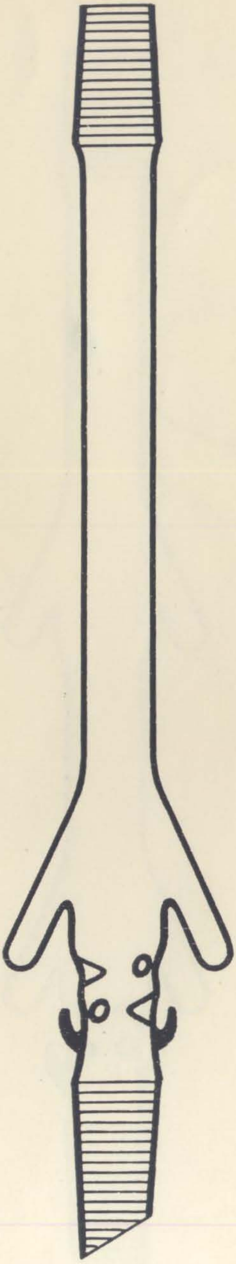


7.1

Головка колонны для процессов от полумикроректификации до макроректификации

1 шт.

7.2	Пальцевидный охладитель головки колонны	1 шт.



8.1

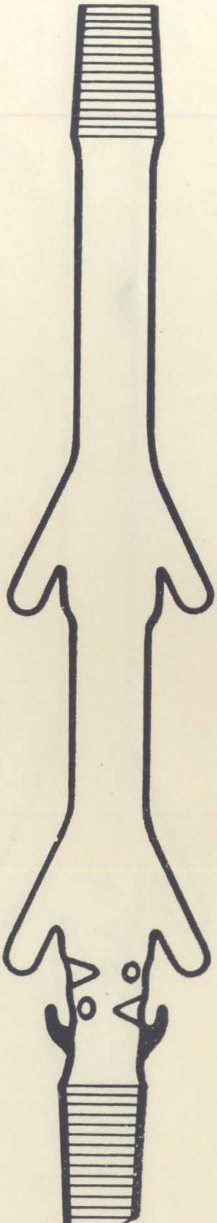
Перегоночная кольцевая насадка одинарная, емкость 3 мл

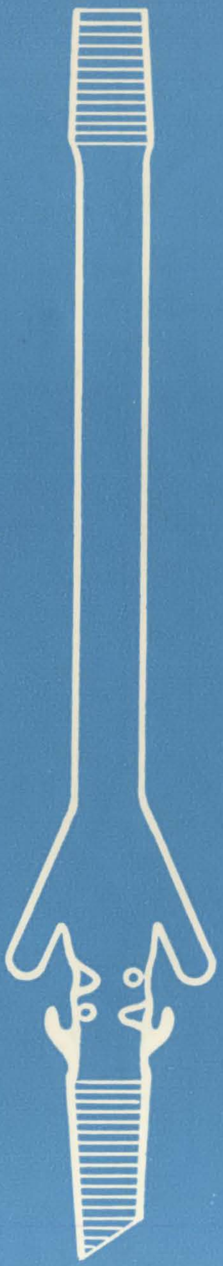
2 шт.

8.2

Перегоночная кольцевая насадка двойная, емкость 2×3 мл

1 шт.

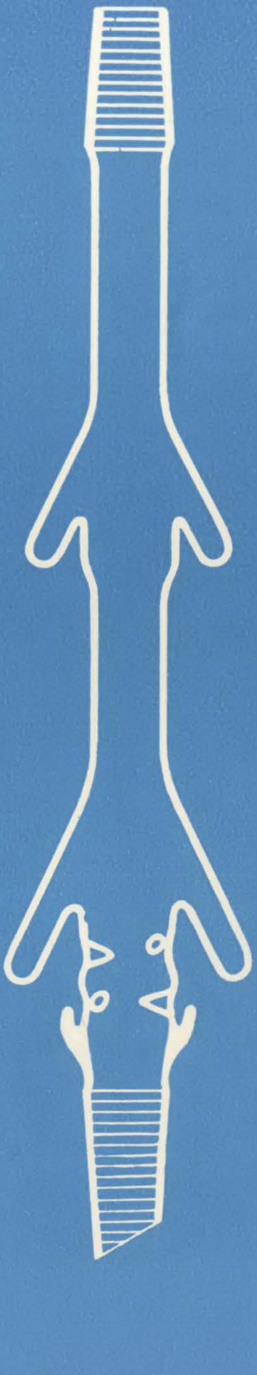




8.3

Перегоночная кольцевая насадка одинарная, емкость 6 мл

2 шт.



8.4

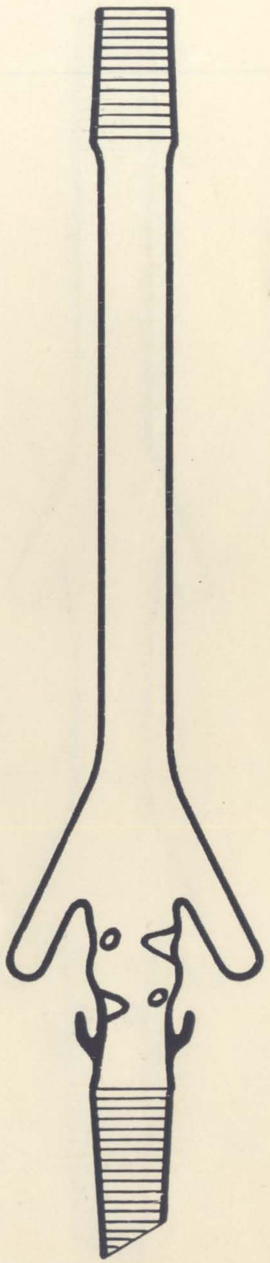
Перегоночная кольцевая насадка двойная,
емкость верхнего кольца 3 мл,
емкость нижнего кольца 10 мл

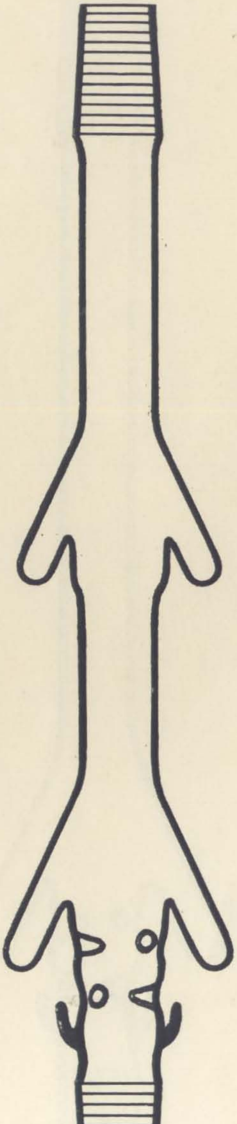
1 шт.

8.5

Перегоночная кольцевая насадка одинарная, емкость 10 мл

2 шт.

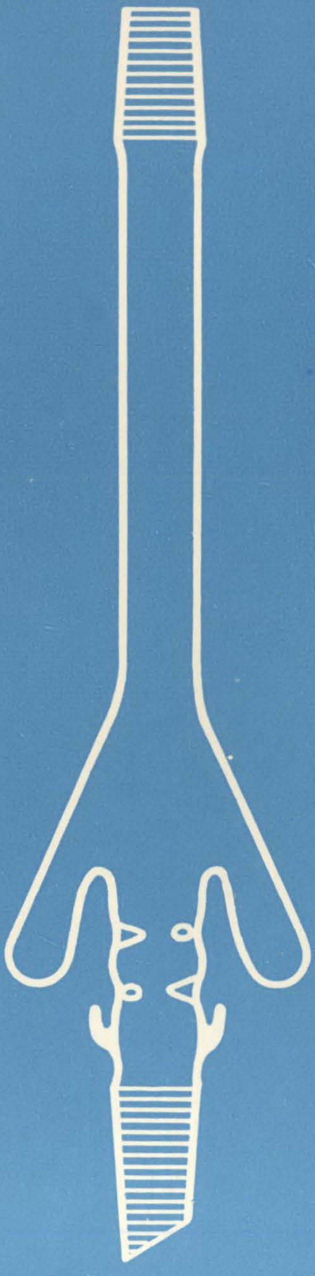




8.6

Перегоночная кольцевая насадка двойная,
емкость верхнего кольца 3 мл,
емкость нижнего кольца 10 мл

1 шт.



8.7

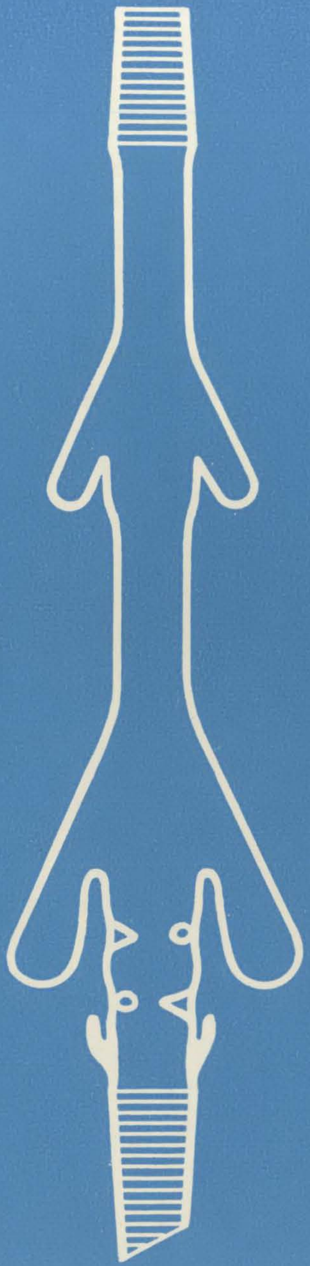
Перегоночная кольцевая насадка одинарная, емкость 18 мл

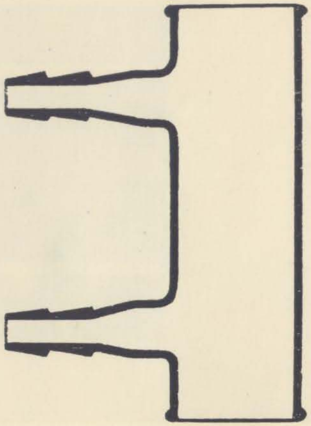
1 шт.

8.8

Перегоночная кольцевая насадка двойная,
емкость верхнего кольца 8 мл,
емкость нижнего кольца 18 мл

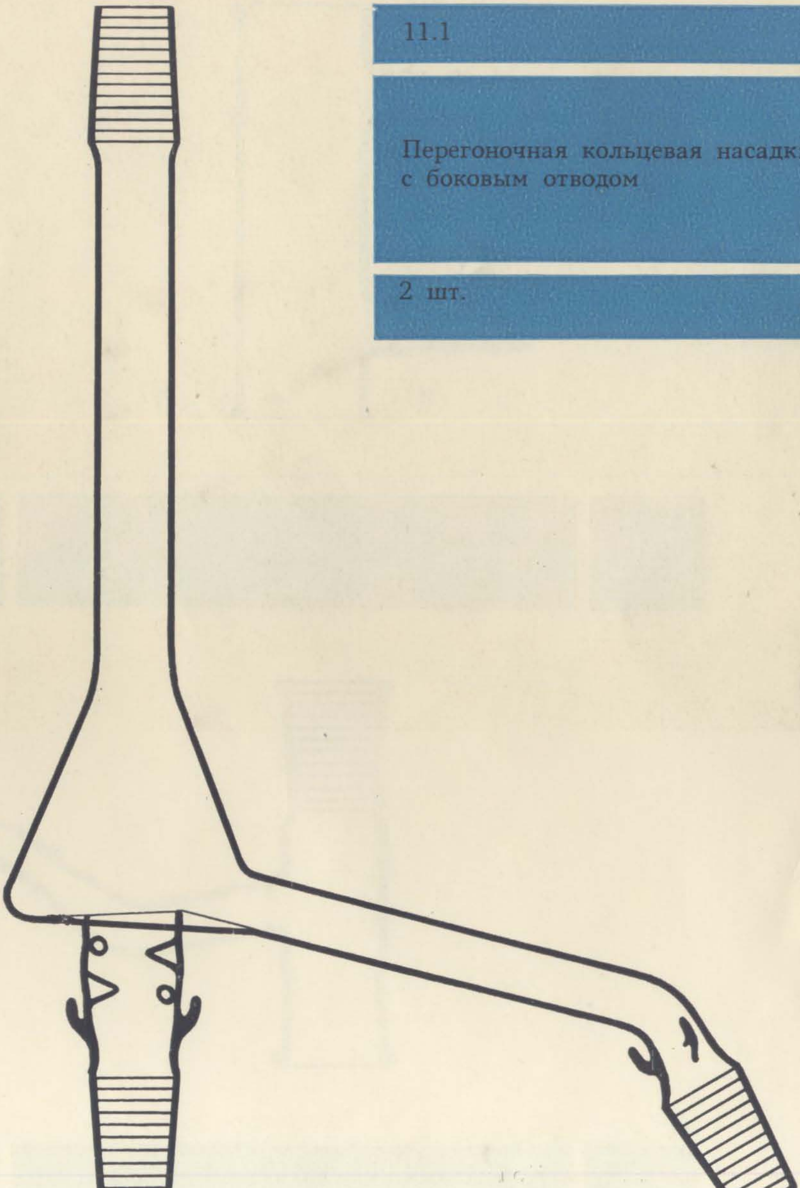
1 шт.





9.1	Переходный штуцер для термометра и вакуумного присоединения	4 шт.

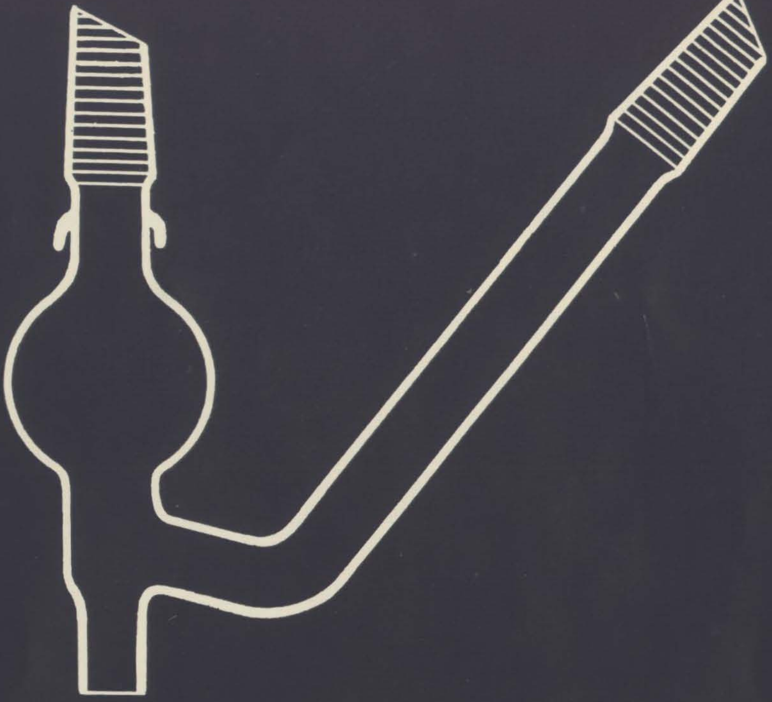
10.1	Кожух охладителя	4 шт.



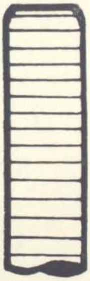
11.1

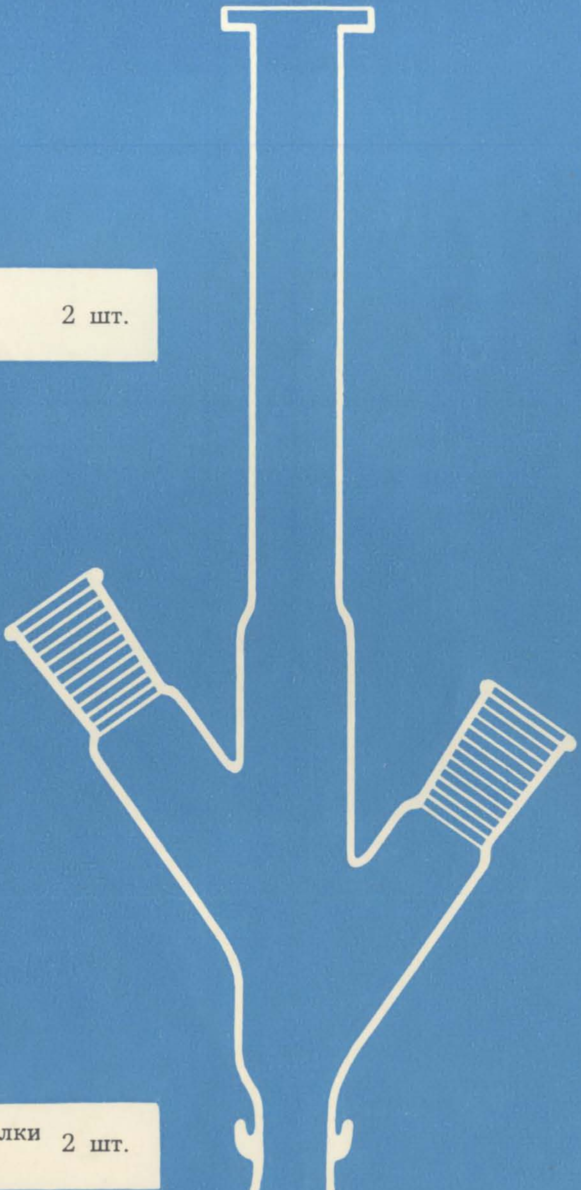
Перегоночная кольцевая насадка с боковым отводом

2 шт.

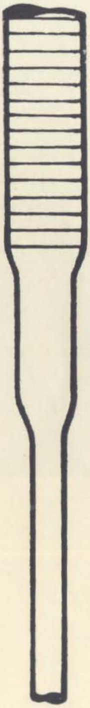


12.1	Насадка для перегонки водяным паром	1 шт.

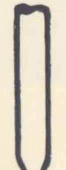


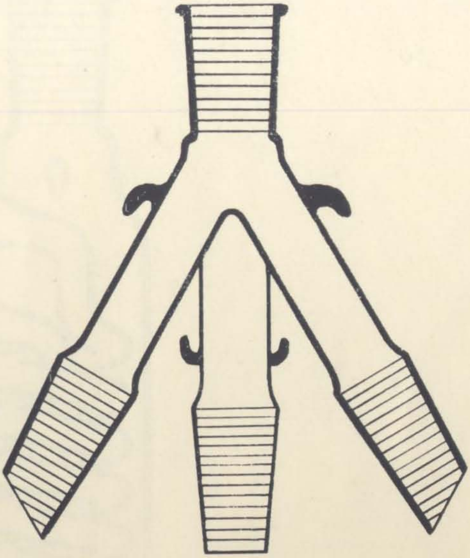


13.1 Насадка 2 шт.

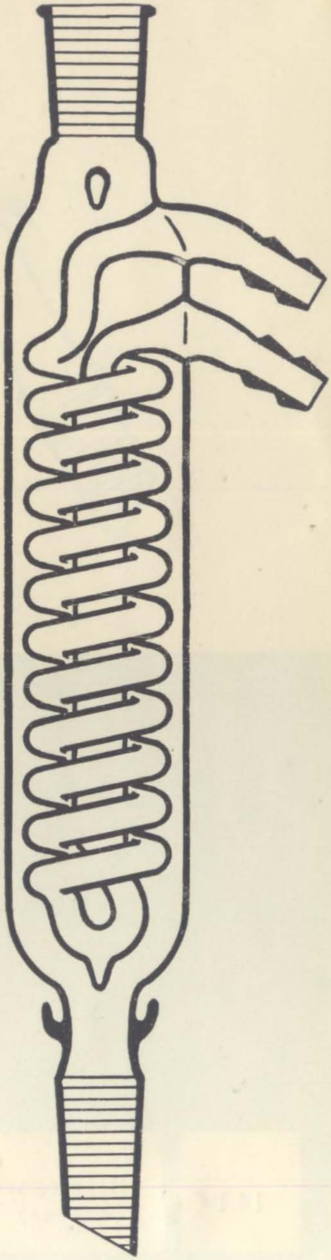


13.2 Сердечник мешалки для насадки 2 шт.





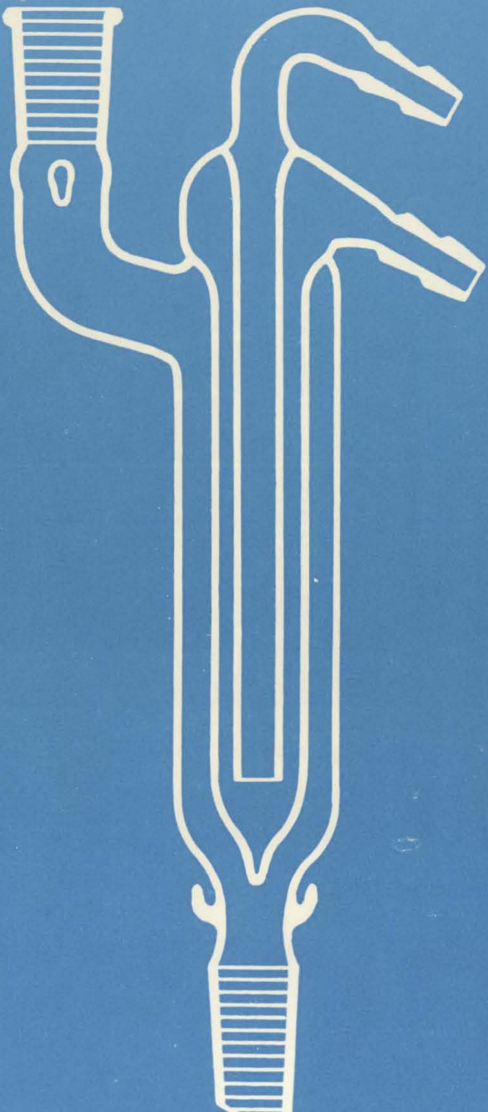
14.1	Перегоночный приемник трехходовый («паук»)	2 шт.



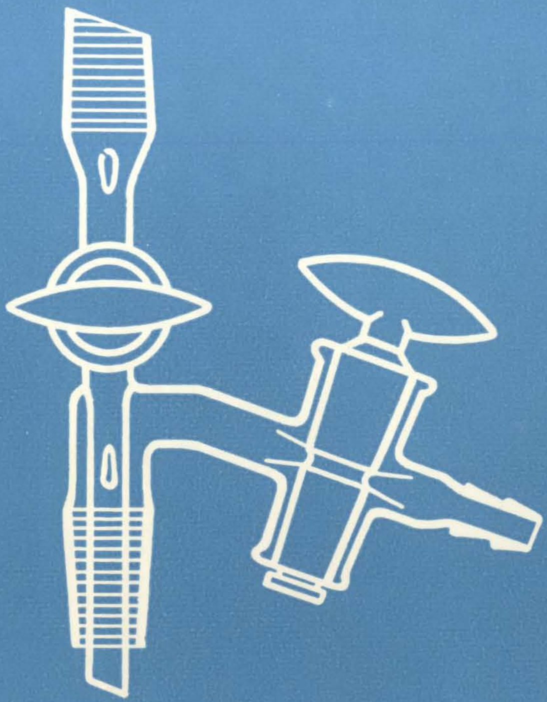
15.1

Охладитель по Димроту

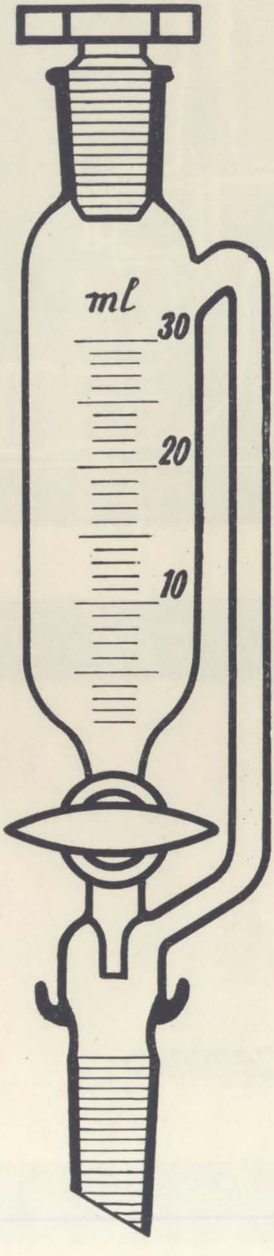
2 шт.



15.2	Охладитель пальцевидный	1 шт.



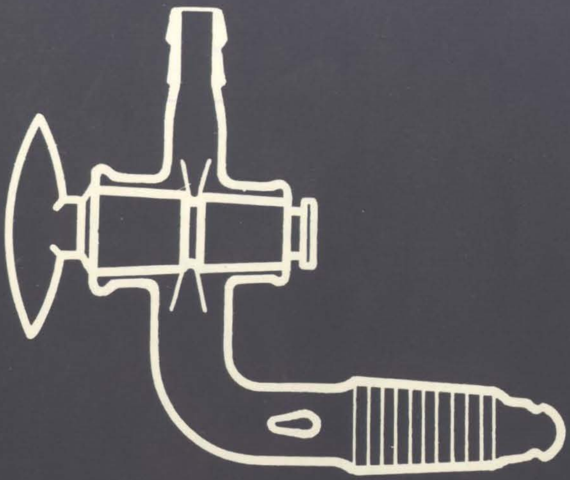
16.1	Делительная и фильтровальная насадка	2 шт.
17.1	Отсасывающая насадка	3 шт.



18.1

Капельная воронка градуированная до 30 мл с выравнивающей трубкой

2 шт.



19.1	Сушильная насадка	3 шт.

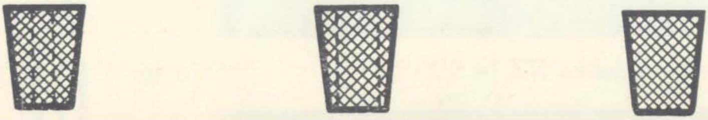
20.1	Стальная пружина	20 шт.

21.1 Стальная пробка NZ 14,5/23 — 8 шт.

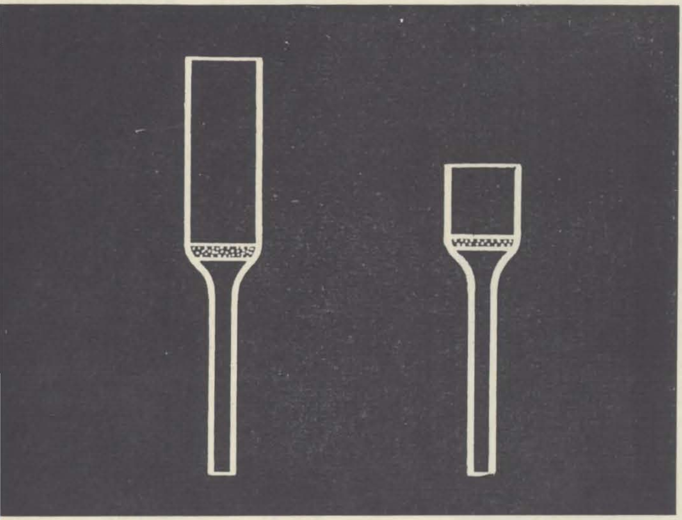
21.2 Полиэтиленовая пробка NZ 14,5/23 — 5 шт.

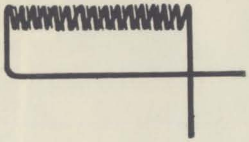
22.1 Термометр для микрохимических работ, диапазон +10— +200°, № 4012/c — 3 шт.

22.2 Термометр лабораторный стержневой, диапазон 0— +250°, № 4010/j — 2 шт.



23.1	Резиновая пробка с отверстием для обоих типов термометров для тубуса головки колонны в 9.1	2×5 шт.
23.2	Резиновая пробка с отверстием для уплотнительного стержня головки колонны	5 шт.
23.3	Резиновая пробка несверленная тех же размеров	5 шт.





24.1	Спираль для мешалки, длина 20 мм	1 шт.
25.1	Фритта № 72, высота 50 мм, S 1	1 шт.
25.2	Фритта № 72, высота 50 мм, S 2	2 шт.
25.3	Фритта № 72, высота 50 мм, S 3	1 шт.
25.4	Фритта № 72, высота 70 мм, S 1	2 шт.
25.5	Фритта № 72, высота 70 мм, S 2	3 шт.
25.6	Фритта № 72, высота 70 мм, S 3	2 шт.
26.1	Шкив (кат. № 84 30 19)	1 шт.

В дальнейшем будут подробнее характеризованы некоторые части и описано их основное применение. Для большей наглядности приведены основные составления аппаратур, как уже было сказано.

Особо следует сказать о припаянных стеклянных крючках. Эти крючки, поскольку это целесообразно, находятся на отдельных частях везде, где этого требует их функция, т. е. удобное придерживание составленных в одно целое аппаратур с помощью стальных пружин или резиновых петель.

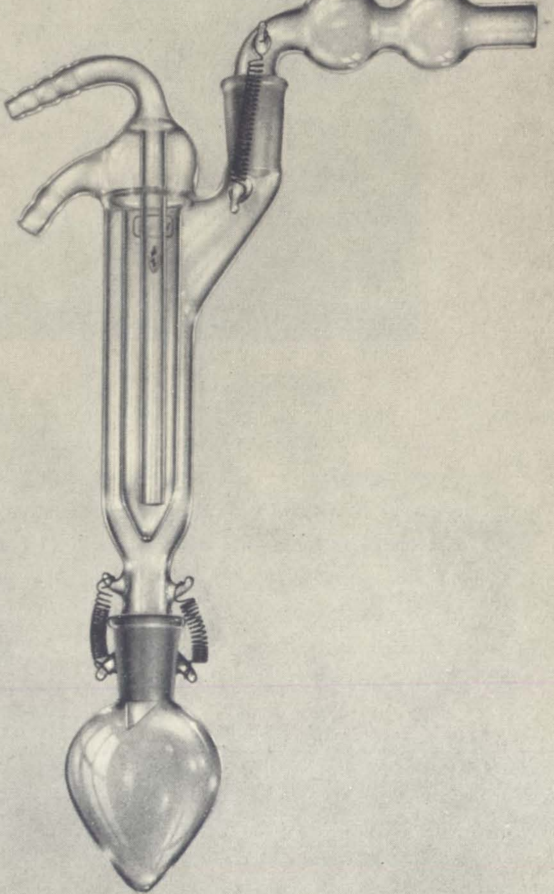


Рис. 1

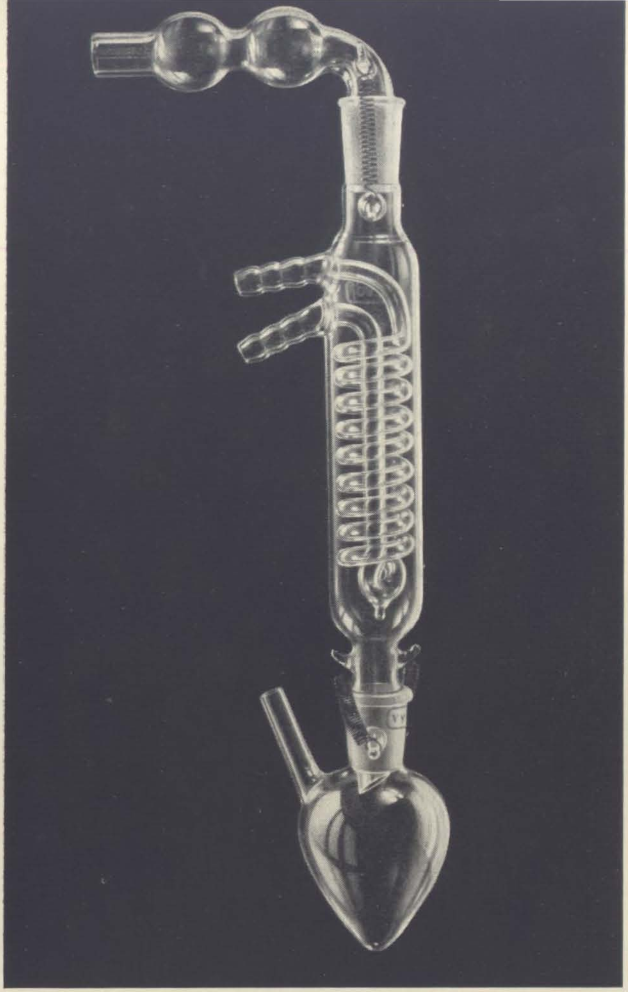


Рис. 2

Одну из наиболее обычных операций — нагрев жидких смесей под обратным охладителем — для проведения самой реакции, растворения, кристаллизации и т. п. можно реализовать так, как указано на рис. 1 и 2. Для этой цели можно использовать одну из колб (1.1—1.6, 2.1—2.7, 3.1—3.7) или пробирку для центрифугирования (4.1), причем это следует делать в соединении с соответствующим охладителем (с пальцевидным охладителем — 15.2 — рис. 1, или с охладителем по Димроту — 15.1 — рис. 2), а также и с сушильной трубкой (5.1).

В случае необходимости наблюдения за температурой смеси, применяется соответствующая колба с боковым тубусом (рис. 2). В этом случае тубус применяется для термометра, предназначенного для микрохимических работ (22.1). Кроме того этот тубус можно использовать также и при физических или химических процессах, которые необходимо проводить в инертной атмосфере. С помощью тубуса вводится подводящая трубка для соответствующего газа (одновременно производит также перемешивание смеси).

В колбу 3.1—3.7 можно также с помощью бокового тубуса ввести также соответствующее фильтровальное устройство. (Фильтровальный капилляр и т. п.) Возможно также применение этих колб для вакуумных перегонок и ректификации.

Для сепарации разных фаз, особенно для отделения кристаллов, осадков, для быстрого разделения эмульсий, суспензий и т. п. можно успешно применить центрифугирование. Для этой цели в комплект включены шлифовые пробирки для центрифугирования (№ 1). Шлиф на пробирке делает возможным ее использование также для других целей, например, как реакционного сосуда, мерного, приемного сосуда и т. д.

Фильтрацию или отсос можно производить с применением одного из нижеуказанных способов. На рис. 3 изображена фритта (25.1—25.6), соединенная резиновой трубкой с отсасывающей насадкой (17.1) и с пробиркой для центрифугирования. (Кроме того возможна замена приемника фритты воронкой с иглой Виллльстеттера, пластинкой Витта и т. п.) Таким образом фильтрат можно принимать непосредственно, без дальнейшего переливания и, тем самым, без потерь материала, в сосуд, в котором будет производиться его дальнейшая переработка.

Другой способ фильтрации, пригодный прежде всего для микропрепарирования, изображен на рис. 4. При этом способе можно с помощью фильтровального капилляра фильтровать также и весьма малые количества жидкостей (доли миллилитров). При этом снова используется отсасывающая насадка (17.1), которая в данном случае позволяет работать с применением фильтровальной техники, работающей как с разрежением, так и с избыточным давлением. (В случае применения первого способа используется только насадка, установленная в приемнике; при второй технике применяется насадка на сосуде с фильтруемой жидкостью. Обе техники можно конечно комбинировать.) Способ с применением избыточного давления пригоден в частности для перенасыщенных, легко кристаллизирующихся растворов веществ в легко улетучивающихся растворителях.

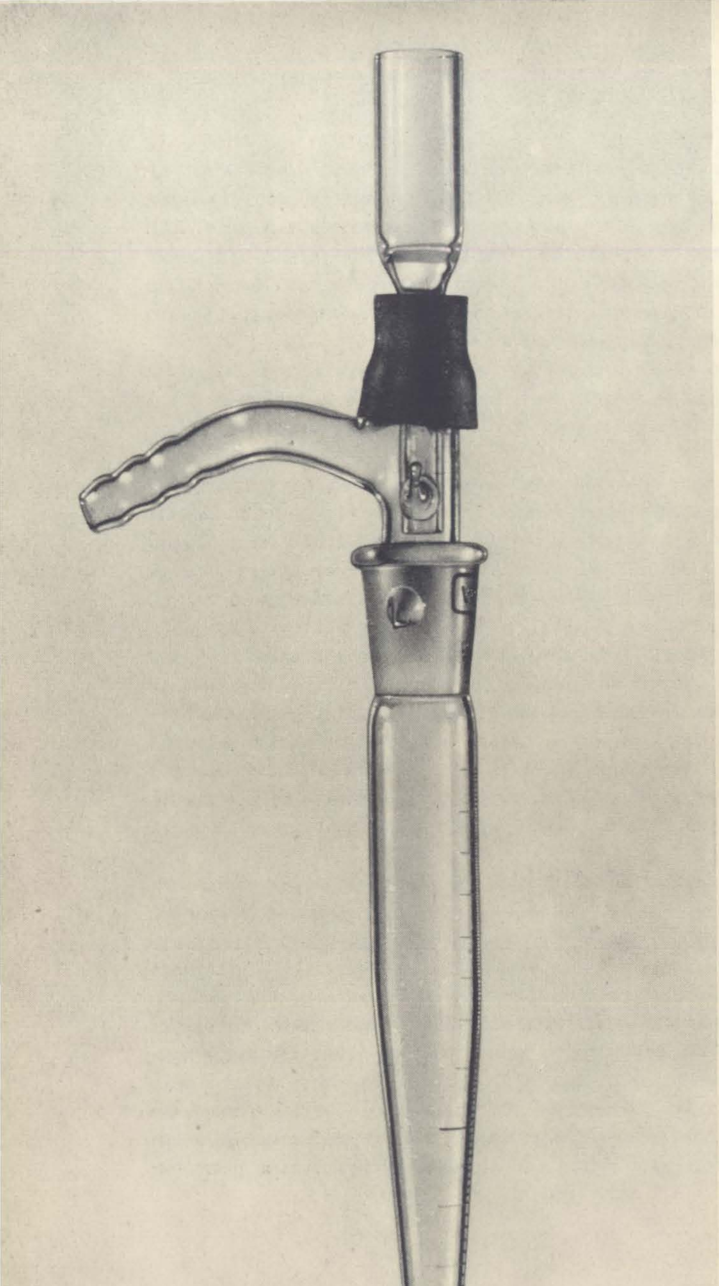


Рис. 3

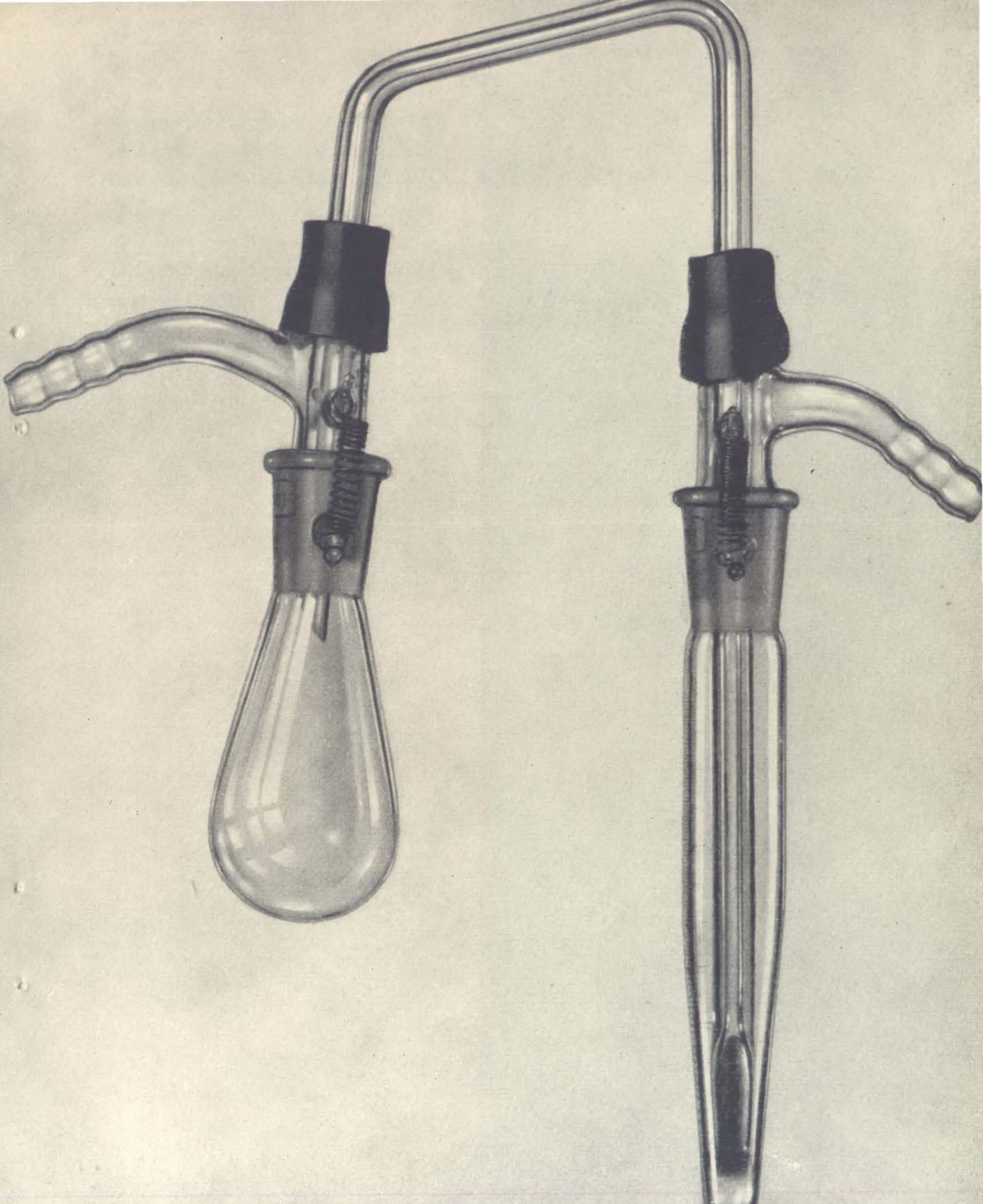
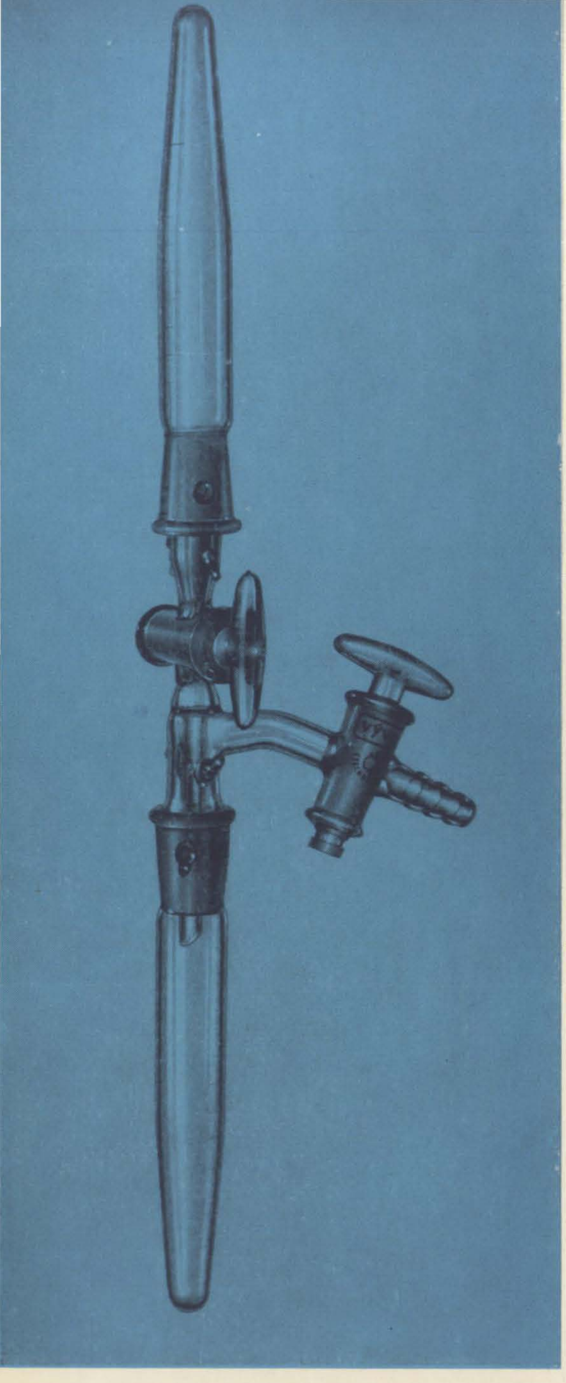


Рис. 4



Фильтрацию или отсос растворов без выливания фильтруемых смесей на нутч-фильтры вне колбы можно произвести с применением делительной фильтровальной насадки (16.1) (Чехословацкий патент № 108 476; «Хем, листы» 56, 1196 — 1962) — рис. 5, 6, 7.

Рис. 5

Насадку образуют по существу два крана и два шлифа (NZ 14,5/23 и наискось срезанный NZ 14,5/15 — можно было бы, конечно, применить также другие шлифи). Ее приспособление для фильтрации или отсоса заключается в образовании или фиксации соответствующих фильтровальных столбцов или слоев во внутренней части срезанного NZ 14,5/15 (или на нем) с прозеденной трубкой вплоть до среднего крана. (Для этой цели достаточно применить целлюлозную или стеклянную вату, целлюлозу, которая может быть в комбинации с силикагелем, карборафином, окисью алюминия и т. п.).

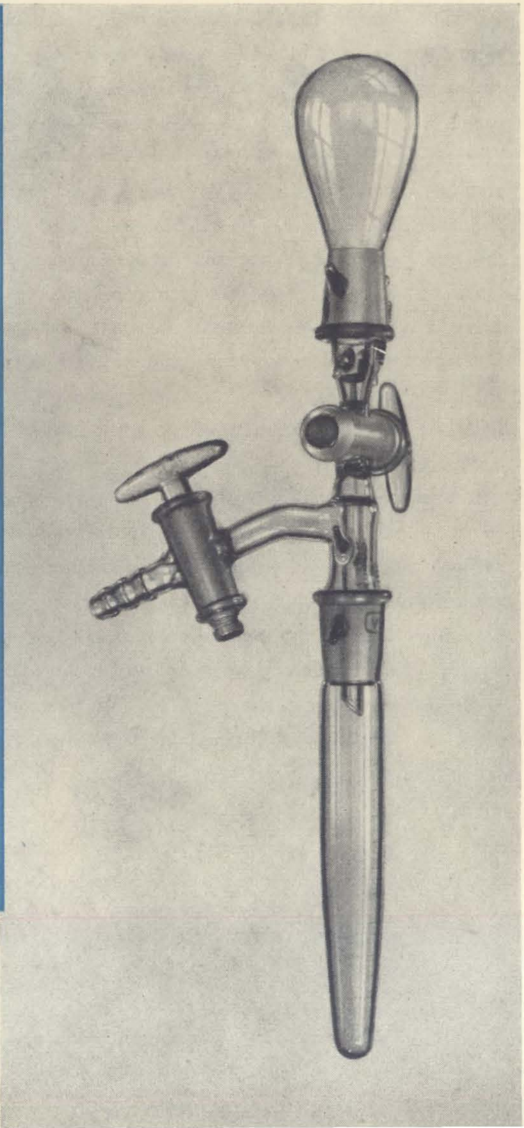


Рис. 6

Приспособленная таким образом насадка вставляется в шлиф соответствующего сосуда с жидкостью, которая будет подвергнута фильтрованию. При закрытом среднем кране насадка с сосудом поворачивается таким образом, что сосуд с кислотой оказывается вверх дном, а жидкая смесь находится на столбце фильтровальной массы. На остающийся свободный шлиф насадки насаживается приемник фильтрата и можно приступить к самой работе (рис. 5). Нет необходимости специально подчеркивать, что желательно придерживать отдельные детали в одном комплексе или применить захватные стальные пружины. Достаточная разница давления в обоих сосудах, которая делает возможным удачный ход описанных процессов, обеспечивается либо путем нагревания верхнего сосуда с фильтруемой жидкостью, либо образованием вакуума в нижнем сосуде, или же с помощью комбинации обоих способов. После окончания операции, когда чистый фильтрат находится в нижнем сосуде, можно еще верхний сосуд и среднюю трубку, где протекает фильтрат, промыть чистым растворителем и произвести отсос. Это поможет ограничить потери веществ до минимума. Таким образом можно производить указанные действия с небольшими количествами веществ, причем особенно рекомендуется непосредственное использование реакционных сосудов без переливания смесей. Дальнейшим преимуществом этого процесса является ограниченный доступ воздуха и воздушной влаги к обрабатываемой смеси.

С помощью другого варианта приспособления указанной насадки можно производить также отсос кристаллов требуемых веществ. Для этой цели производится приспособление трубки, заканчивающейся скошенным NZ 14,5/15, как изображено на рис. 6. В эту трубку вставляют, например, (при открытом среднем кране), иглу Вилльстеттера с соответствующим фильтром и обеспечивают ее положение от выпадения — при переворачивании насадки — с помощью легкого сжатия ее стержня, для чего немного поворачивают средний кран. Рекомендуется увлажнить растворителем фильтровальный кружок. Вместе иглы Вилльстеттера можно применить только фильтровальный кружок из более толстой фильтровальной бумаги, пластинки Витта и т. п. Можно также на выравненный верхний конец NZ 14,5/15 приклеить сверху фриттовую пластинку (рис. 7). Дальнейший рабочий процесс совпадает с предыдущим.

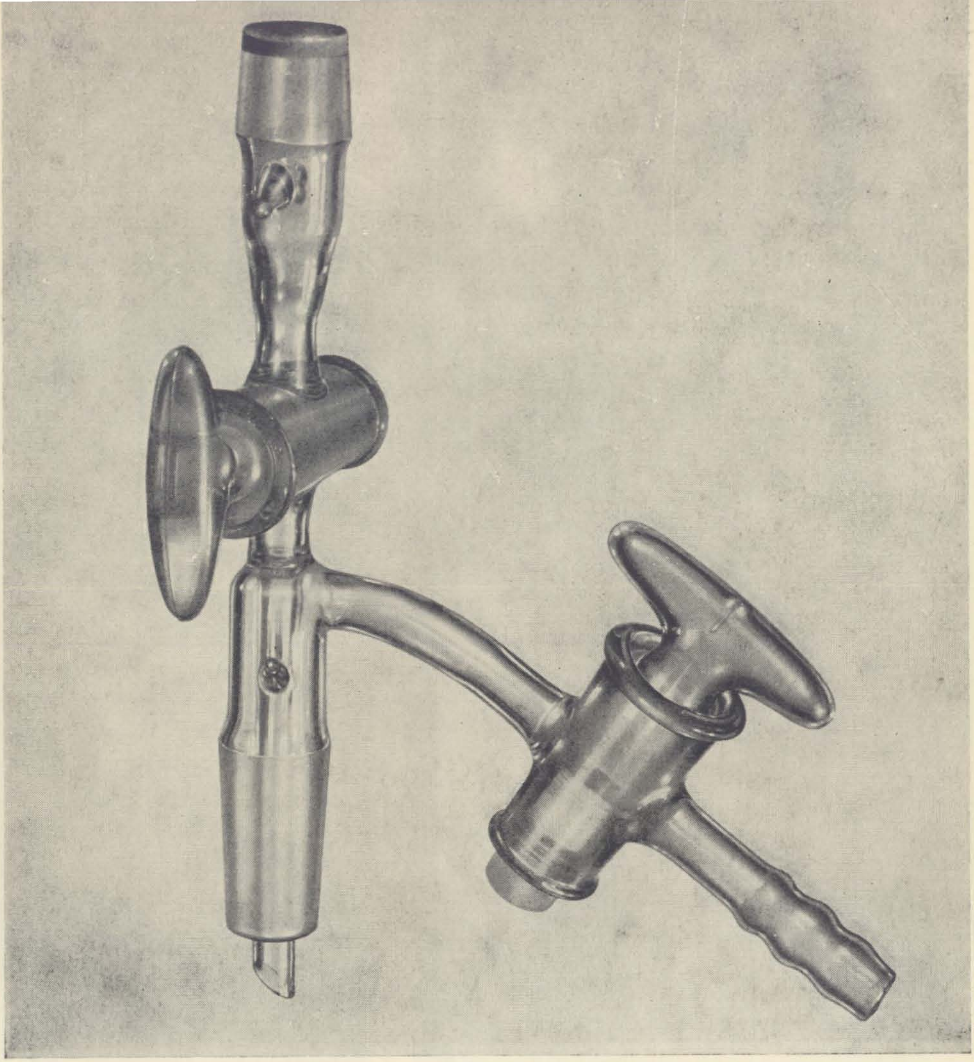


Рис. 7

Очистку жидких продуктов от остатков нежелательных летучих примесей или высушивание кристаллов можно реализовать в вакууме с помощью сушильной насадки (19.1), как изображено на рис. 8. Боковые отверстия в нижней части этой насадки защищают до известной степени от потери кристаллов при их резком взлетании, если сушка производится при несоответствующих условиях. Насадку можно использовать также и в качестве трубки для подвода или отвода газа.

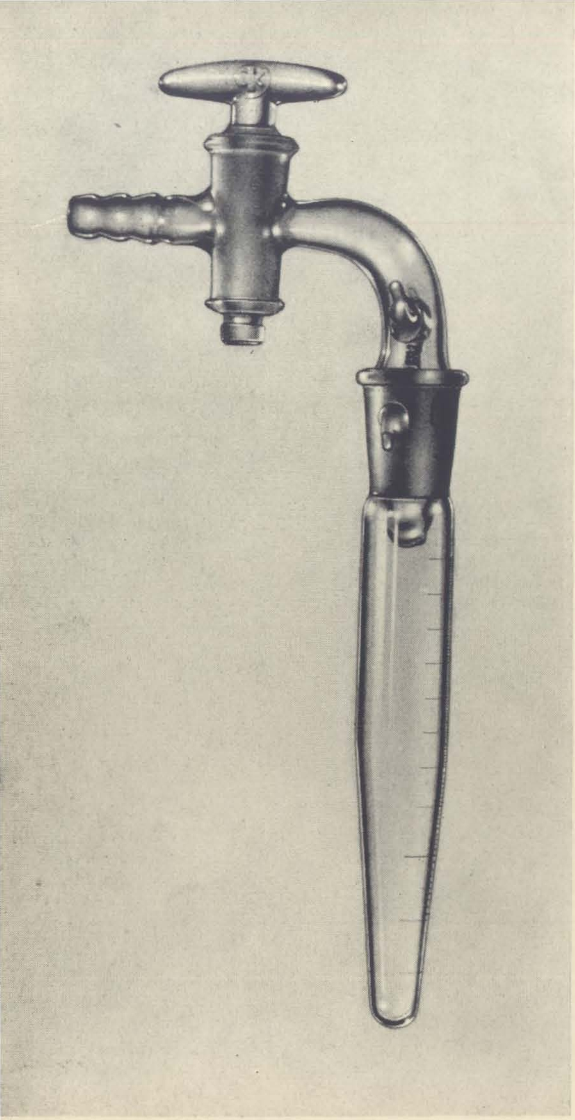
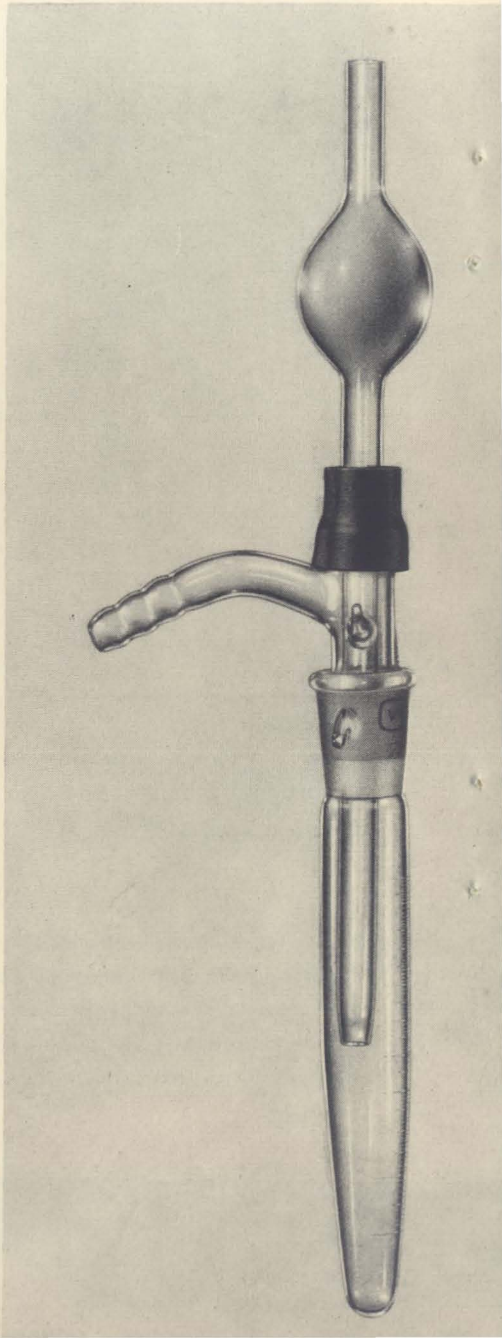


Рис. 8

Рис. 9



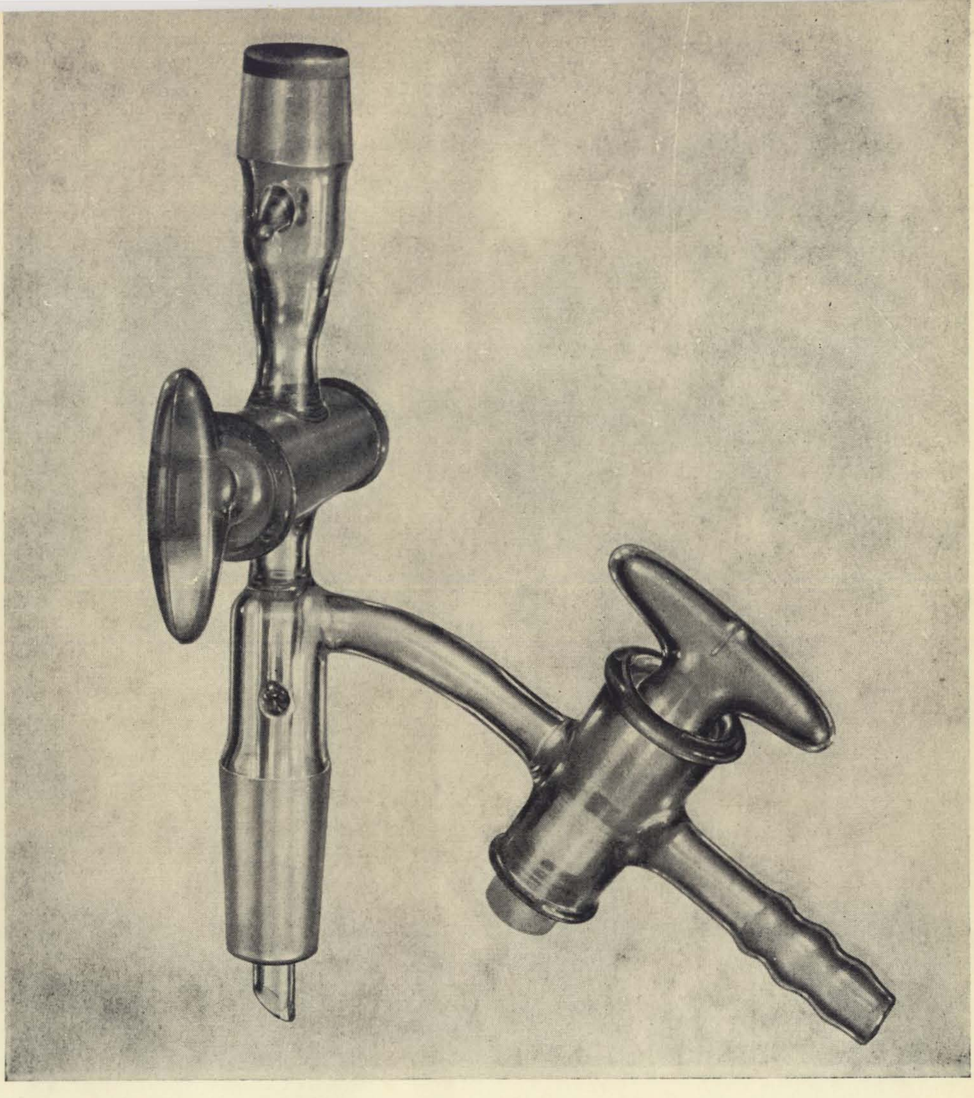


Рис. 7

Очистку жидких продуктов от остатков нежелательных летучих примесей или высушивание кристаллов можно реализовать в вакууме с помощью сушильной насадки (19.1), как изображено на рис. 8. Боковые отверстия в нижней части этой насадки защищают до известной степени от потери кристаллов при их резком взлетании, если сушка производится при несоответствующих условиях. Насадку можно использовать также и в качестве трубки для подвода или отвода газа.

SIAL CZECHOSLOVAKIA

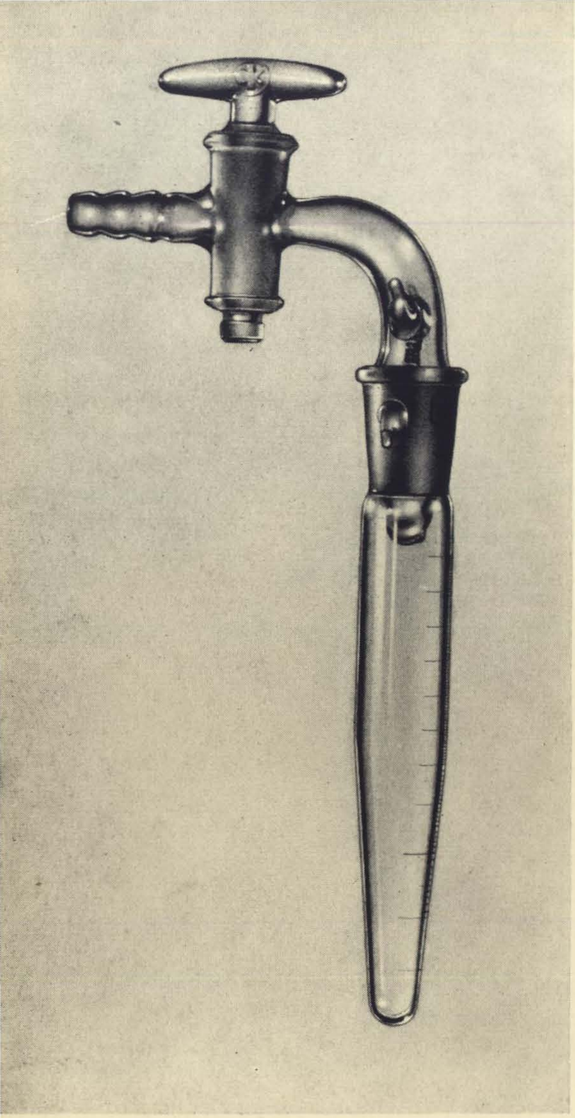


Рис. 8

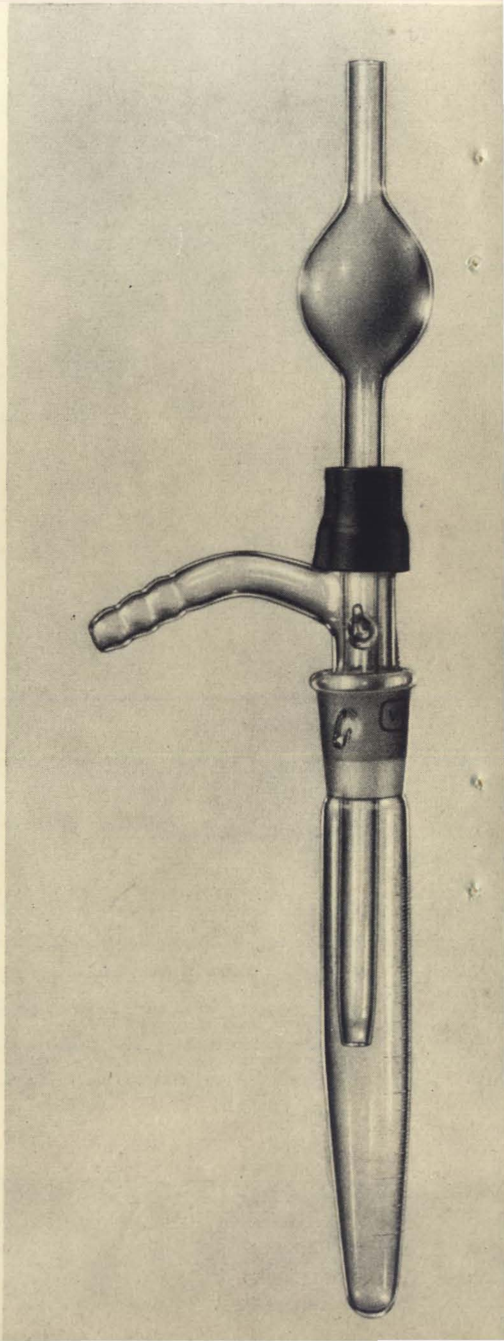


Рис. 9

Для выпаривания небольших количеств растворов веществ в легко улетучивающихся растворителях можно использовать удаление паров потоком несущего газа (сухой воздух, азот, углекислый газ и т. п.) — рис. 9. На соответствующий сосуд насаживают отсасывающую насадку (17.1) с отводящей трубкой и ключком ваты для доочистки просасываемого газа. После присоединения боковой трубки отсасывающей насадки на источник вакуума можно приступить к загущению раствора. Верхний конец трубки соединяется в случае надобности с сушильной трубкой или источником другого газа.

Рис. 10

Все, что было сказано о растворах, распространяется также и на кристаллические вещества. Весь процесс можно ускорить погружением сосуда с высушенной пробой в нагретую ванну. Для этой цели может служить также делительная и фильтровальная насадка — рис. 10 — где комок ваты помещают в скошенный шлиф (конечно, при открытом среднем кране).

Для экстракции с помощью жидкости способом вытряхивания в устройстве находится указанная уже делительная и фильтровальная насадка. В данном случае рабочий процесс с применением этой насадки состоит в следующем. На колбу с обеими фазами (например, колба с жидкой реакционной смесью и экстракционной жидкостью) насаживают насадку со скоженным NZ 14,5/15. Обеспечение более прочного и удобного соединения насадки с колбой достигается с помощью стальных пружин (20.1) или резиновых петель. Можно также в этой колбе слегка снизить давление. Обе эти операции не являются, однако, с точки зрения последующего процесса безусловно необходимыми. Однако необходимо только более тщательно придерживать колбу с насадкой в одном комплексе. После этого, при закрытом среднем кране, начинается протряхивание, производимое обычным способом. После его окончания колба с насадкой остается в состоянии покоя, пока не отделятся оба слоя. После этого является выгодным создать в этой колбе небольшое разрежение (поскольку его там уже не было). Почему создается это разрежение, будет видно из дальнейшего изложения. На свободный второй шлиф насадки насаживают пустую колбу, в которую будет поступать более тяжелый слой. Все устройство осторожно переворачивают в положение, изображенное на рис. 11. При этом действии иногда происходит частичная инверсия фаз, главным образом в нижней части трубки, между скошенным шлифом и средним краном. Это нежелательное явление можно легко устранить с помощью осторожного впускания нескольких воздушных пузырьков в верхнюю колбу через средний кран. После этого можно создать в приемной колбе достаточное разрежение и закрыть боковой кран (особенно в тех случаях, когда нижний слой при выпуске вспенивается). Осторожно открывая средний кран, выпускают нижний отделившийся слой из верхней колбы в пустую нижнюю колбу.

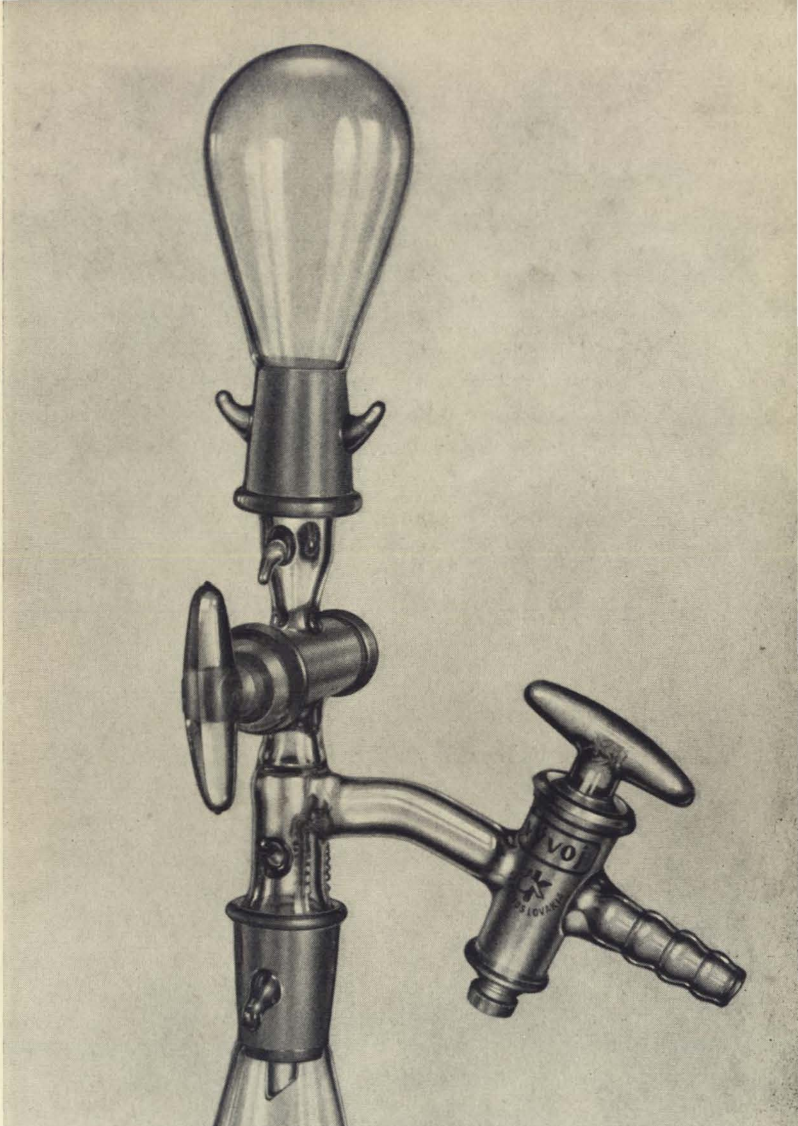


Рис. 11

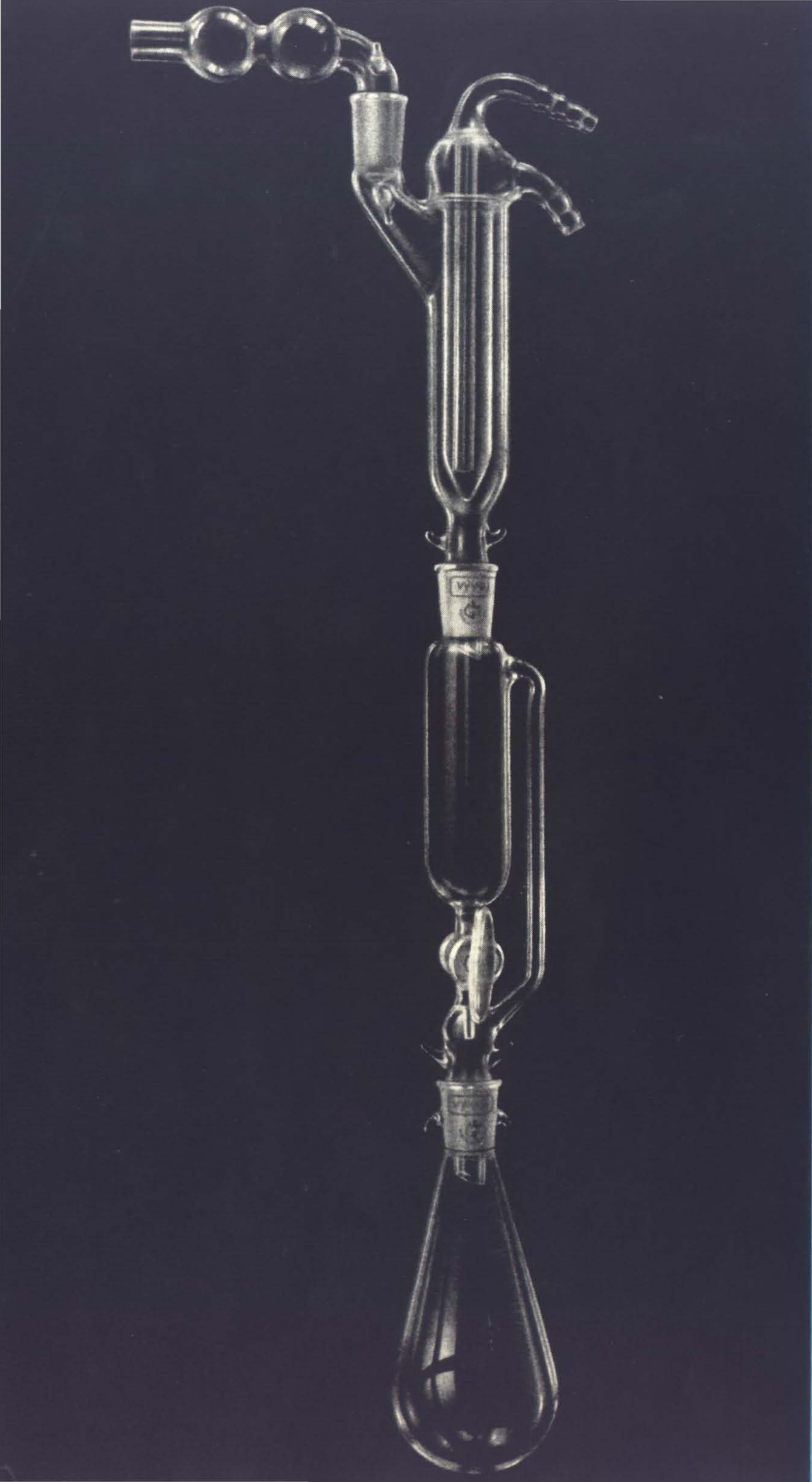


Рис. 12

После выпуска нижней фазы можно использовать существующий вакуум в колбе с оставшейся более легкой фазой для промывки внутренних стенок трубки, где протекала более тяжелая фаза (конечно в положении, обратном тому, какое изображено на рис. 11, и после отключения нижней колбы с более тяжелой фазой). Этим можно еще более снизить потери вытряхиваемых веществ. С точки зрения положения вытряхиваемой и вытряхивающей фаз можно предусматривать по существу два случая. В первом случае, когда жидкость с более высоким удельным весом вытряхивается жидкостью с более низким удельным весом, необходимо, помимо первоначальной колбы, в которой производится первое вытряхиванис и отделение (как было сказано выше), иметь еще одну колбу, в которую выпускают вытряхиваемую нижнюю фазу. В этой колбе производится второе вытряхивание и отделение слоев, так что теперь нижнюю фазу можно выпустить обратно в колбу, где было проведено первое вытряхивание (экстракт накопляется в сборном сосуде). Во втором случае, при котором наступает вытряхивание жидкости с более низким удельным весом жидкостью с более высоким удельным весом, вытряхиваемая фаза остается непрестанно в том же сосуде без переливания, а экстракт скопляется в сборном сосуде. Преимущество применения этой насадки вытекает из минимального переливания смесей и непосредственного использования реакционных сосудов, особенно в соединении с ψ-насадкой (см. дальше) и т. п.

Экстракцию твердых веществ жидкостями можно, с использованием устройства, провести в аппаратуре, изображенной на рис. 12. В соответствующую колбу вставлена капельная воронка, градуированная до 30 мл, с выравнивающей трубкой (18.1), снабженная обратным охладителем, или с сушильной трубкой. Пары экстрагирующего растворителя протекают из колбы по выравнивающей трубке воронки в охладитель, после чего конденсат стекает на экстрагированный материал. Этот материал помещается в воронке 18.1 на стеклянной или целлюлозной вате, бумаге и т. п. Экстракция непрерывная, экстрагирующая жидкость образует над экстрагируемым веществом — после поворота крана — соответствующий слой. Полученный экстракт стекает из воронки в колбу, где происходит его загущение, и круговорот повторяется.

SIAL CZECHOSLOVAKIA

В тех случаях, где это позволяет характер экстрагируемого вещества, можно время от времени наблюдать также за степенью экстракции материала в воронке путем производимого в известных промежутках времени отбора проб. Для образования небольших количеств газов (хлороводород, аммиак, сероводород и т. п.) можно использовать в основе именно только что описанную аппаратуру (обратный охладитель бывает иногда не нужным). На соответствующий сосуд насаживается воронка 18.1 с отводящей трубкой для образующегося газа.

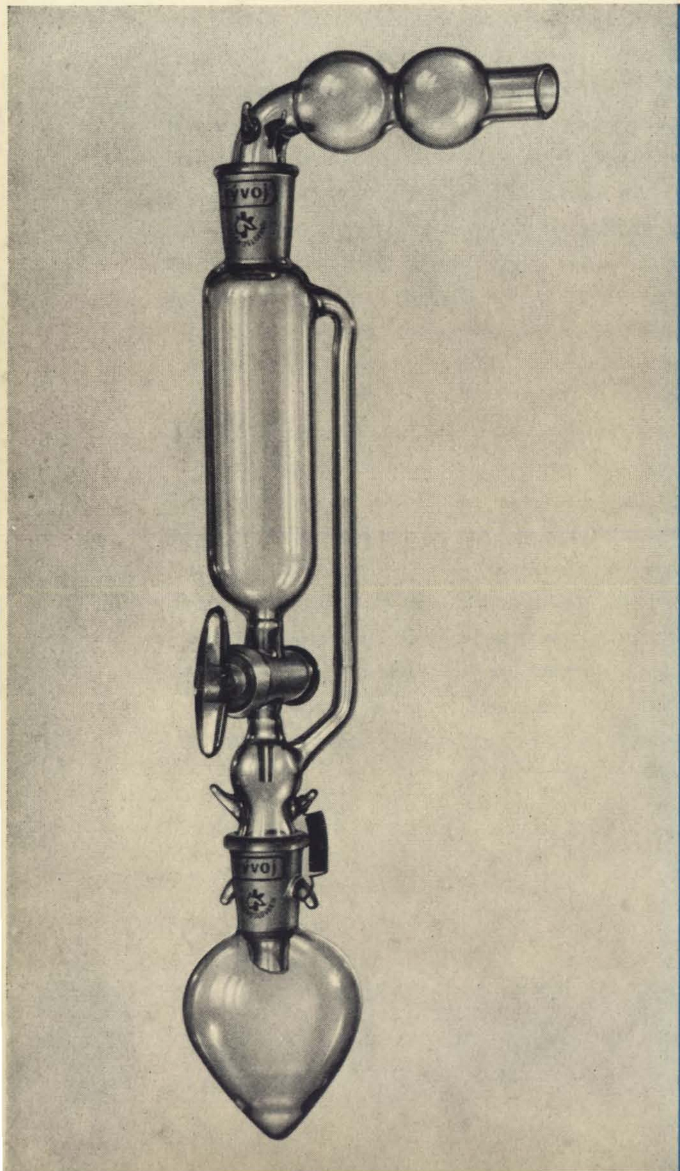


Рис. 13

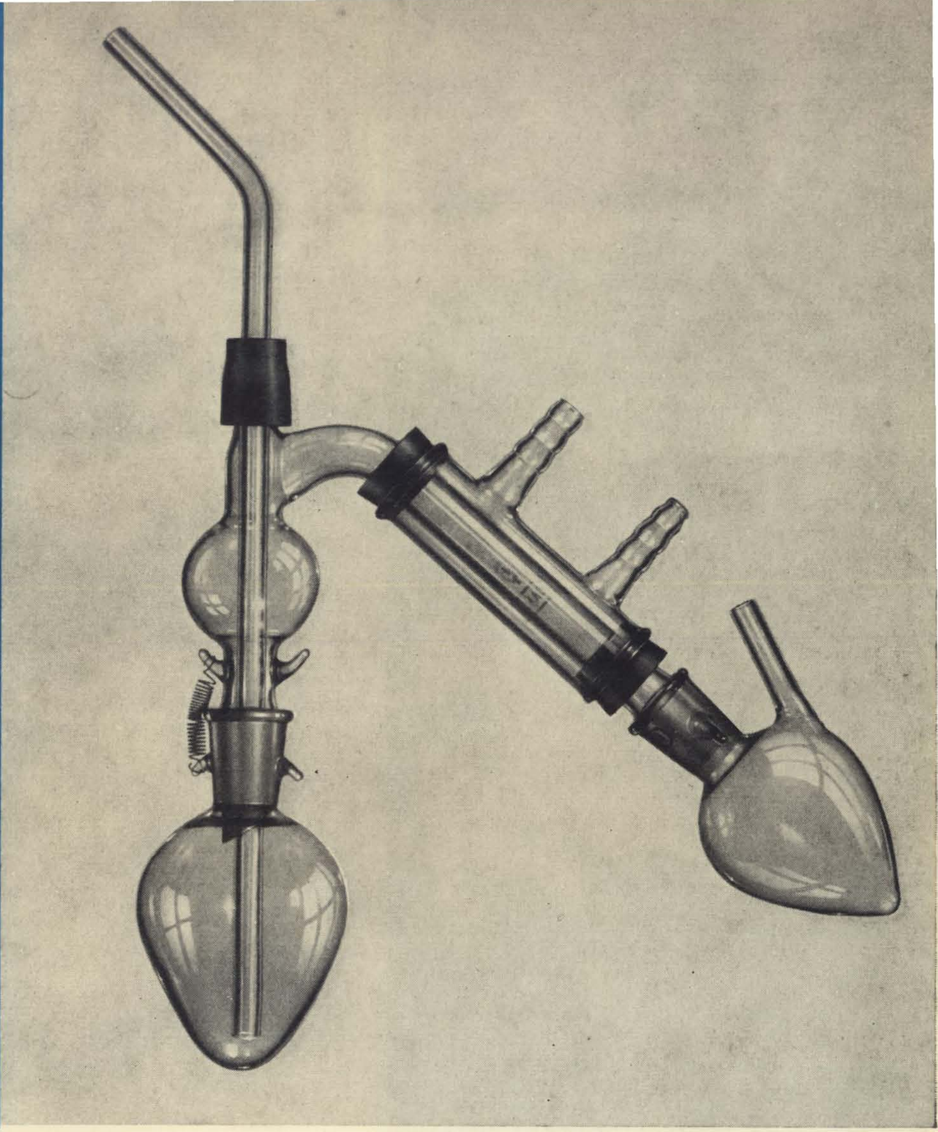


Рис. 14

С помощью подливания по каплям одного реакционного компонента из воронки в колбу с другим компонентом возникает газ, выходящий из колбы по выравнизающей трубке воронки в отводящую трубку, откуда производится его отбор. Аппаратура изображена на рис. 13.

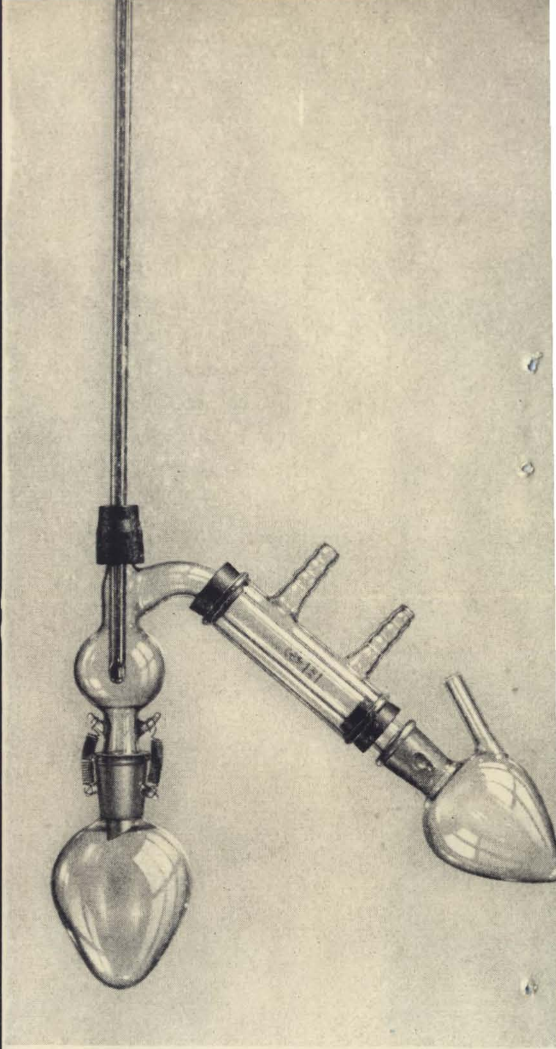


Рис. 15

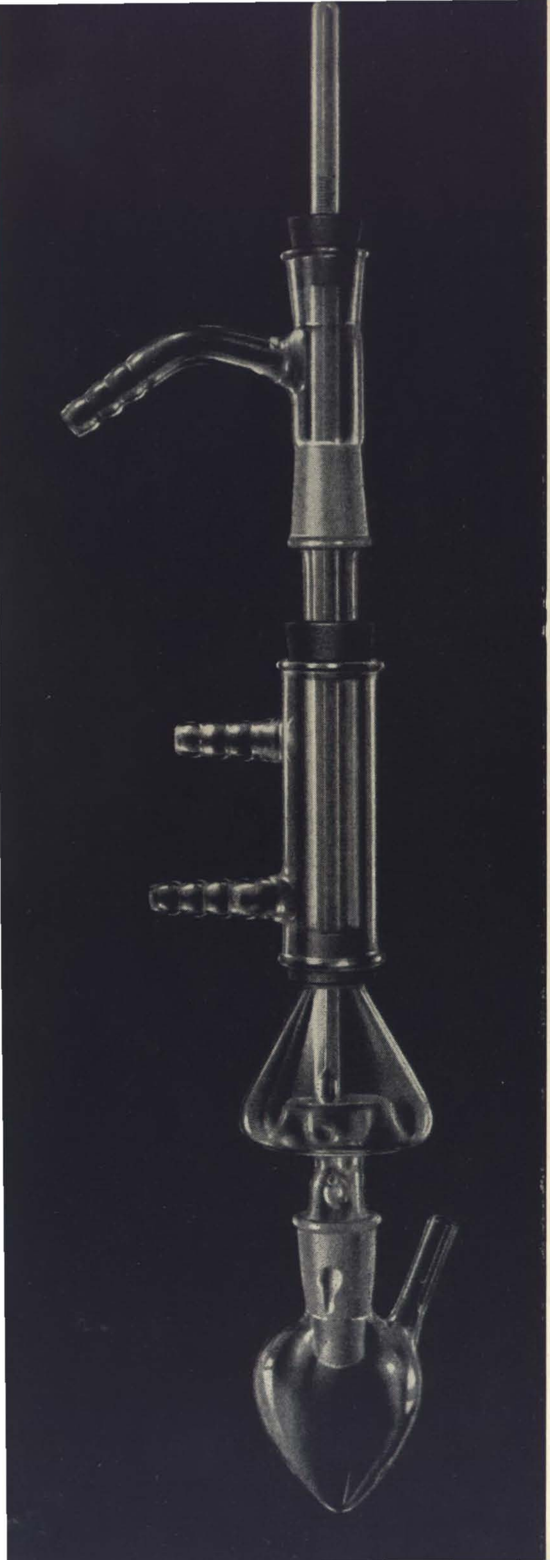


Рис. 16

В число операций, применяемых в органической химии, можно включить также перегонку водяным паром. Аппаратура, пригодная для этой цели, изображена на рис. 14. Насадка для перегонки паром 12.1, в соединении с кожухом охладителя (10.1), насажена в соответствующем сосуде. Поскольку это охлаждение является недостаточным, можно присоединить другой охладитель или охлаждать приемник.

По существу одинакозую аппаратуру можно применить для перегонки веществ с высокой точкой кипения или легко затвердевающих, см. рис. 15. При вакуумной перегонке либо применяется аллонж, либо к насадке присоединяется непосредственно как приемник сердцевидная колба с тубусом (3.1—3.7), которую можно также, по мере надобности, охлаждать.

Для перегонки жидкостей в описываемом устройстве предназначен ряд одинарных и двойных кольцевых насадок (8.1—8.8). Эти насадки являются по существу стеклянными трубками с соответствующими кольцами, снабженными на обоих концах NZ 14,5/23. Шлиф, с помощью которого насадка всаживается в перегоночную колбу, скошен, чтобы была ограничена пульсация жидкости и, тем самым, ее перебрызгивание (так же приспособлены и остальные подобные части устройства). Кроме того все кольцевые насадки имеют между нижним кольцом и скошенным шлифом два ряда углублений, целью которых является снижение возможности загрязнения дистиллята в результате перебрызгивания вещества из перегоночной колбы в кольцо, причем соблюдается требование минимального расстояния между поверхностью испарения и пространством конденсации. Предусматривается также возможность перебрызгивания вещества при перегонке в результате сужения потока около нижнего конца термометра. Поэтому трубки насадок в соответствующих местах достаточно широки с учетом применения термометров, так что это нежелательное явление здесь практически устранено.

Емкость колец у простых кольцевых насадок составляет 3 мл, 6 мл, 10 мл и 18 мл. В случае надобности их можно легко дополнить съемным кожухом охладителя (10.1). Аппаратура для перегонки в вакууме с применением такой простой кольцевой насадки изображена на рис. 16.

SIAL CZECHOSLOVAKIA

Двойные кольцевые насадки можно применять в тех случаях, если при перегонке ожидается наличие известного количества компонента с более низкой точкой кипения и если речь идст о перегонке веществ, которые при данном давлении, а также принимая во внимание общее количество дистиллята не требуют обычного водяного охлаждения.

Рис. 17

При перегонке с применением этого типа кольцевой насадки (см. рис. 17) соблюдается обычный процесс с тем, что, прежде чем приступить к приему основной фракции, необходимо заранее, с помощью нагрева нижнего кольца (где находится компонент с более низкой точкой кипения, большей частью балластный), произвести перегонку этого компонента с более низкой точкой кипения в верхнее кольцо. Затем кольцу дают возможность охладиться и только после этого приступают к самой перегонке основного компонента в нижнее кольцо. В верхнем кольце после окончания перегонки находится фракция с более низкой точкой кипения, в нижнем же кольце находится фракция с более высокой точкой кипения, обыкновенно основная. Поэтому верхние кольца (за исключением одного случая) меньше нижних колец. Емкость всех верхних колец составляет 3 мл, емкость нижних колец та же, как и емкость колец у одинарных насадок. Как для одинарных, так и для двойных кольцевых насадок является общим способ закрепления термометров (22.2, 22.1), в переходном штуцере для термометра и вакуумного присоединения (9.1). Все перегоночные кольцевые насадки можно применить для перегонки как при обычном давлении, так и в вакууме.

Для перегонки больших количеств веществ — вплоть до нескольких десятков граммов, по мере надобности и больше — предназначена другая, составляемая из устройства, аппаратура, изображенная на рис. 18. Она содержит, кроме вышеописанных деталей, перегоночную кольцевую насадку с боковым отводом (11.1). Его тоже можно снабдить съемным охлаждающим кожухом (10.1). Для отделения принимаемых фракций будет служить трехходовый перегоночный приемник («паук») (14.1). То, что было сказано о предыдущих кольцевых насадках, остается в силе и здесь. При конструировании учитывалось требование минимальных потерь перегоняемого материала, так что при хорошем исполнении аппаратуры дистиллят стекает по каплям из бокового отвода прямо в приемную колбу (т. е. не оттекает через приемник).

Для целей ректификации в устройство включены три колонны, а именно ректификационная колонна с трубкой «КПГ» (6.1), вставная колонна (6.2) и колонна Янцена (6.3). Все три колонны снабжены эвакуированным изолирующим кожухом с перегоночными кольцами и металлической фольгой со смотровыми отверстиями.

Общая длина колонн 20 см, длина эффективной части 10 см. В ряде случаев, имеющих место при органических полумикропрепарированиях, особенно при вакуумной ректификации, дает удовлетворительные результаты вставная колонна (6.2), прежде всего при относительно низкой разности давлений. Другим преимуществом в данном случае является также ее относительно высокая проходимость. В известном смысле противоположностью этой колонны является колонна с трубкой «КПГ» (6.1), дополненная по желанию работника разными наполнителями и т. п. В этом исполнении (например, с организованным наполнителем) эта колонна представляет собой наиболее эффективную ректификационную колонну из указанных трех типов.

Другим преимуществом этой колонны является ее определенная вариабильность. Функциональным переходом между обеими колоннами является до известной степени спиральная колонна Янцена (6.3). Также и у колонн нижнее ядро шлифа закончено в скошенном виде, чтобы в этой части колонны было предупреждено ее захлебывание.

Для этих колонн предназначена головка для процессов от полумикро- до макроректификации с пальцевидным охладителем головки колонны (7.1, 7.2) (Хем. листы 56, 1189/1962). Ректификационная аппаратура с колонной Янцена изображена на рис. 19. Пары ректифицируемой смеси, выходящие из колонны и протекающие в головку колонны, проходят через плато со счетчиком капель. Из температура здесь измеряется термометром (22.1), который закреплен в тубусе с помощью резиновой пробки (23.1) или профилированного кружка из политетрафторэтилена и т. п. Конденсация паров происходит прежде всего на пальцевидном охладителе 7.2 и конденсат направляется с помощью припаянного зацепа на стеклянный запорный стержень. При повороте охладителя на 90^0 дистиллят стекает обратно только в колонну.

Указанный стержень снабжен на одном конце, находящемся вне головки, для удобства манипуляции кольцом; на противоположном конце уплотнительным шариком. Этот шарик входит в конически зашлифованное седло, изготовленное в устье трубки для отвода дистиллята. Если шарообразный конец указанного стержня полностью вдвинут в это седло, конденсат, стекающий из охладителя на стержень, не может проходить через отводящую трубку на дистиллят, так что весь конденсат стекает через плато со счетчиком капель обратно в колонну.

Рис. 18

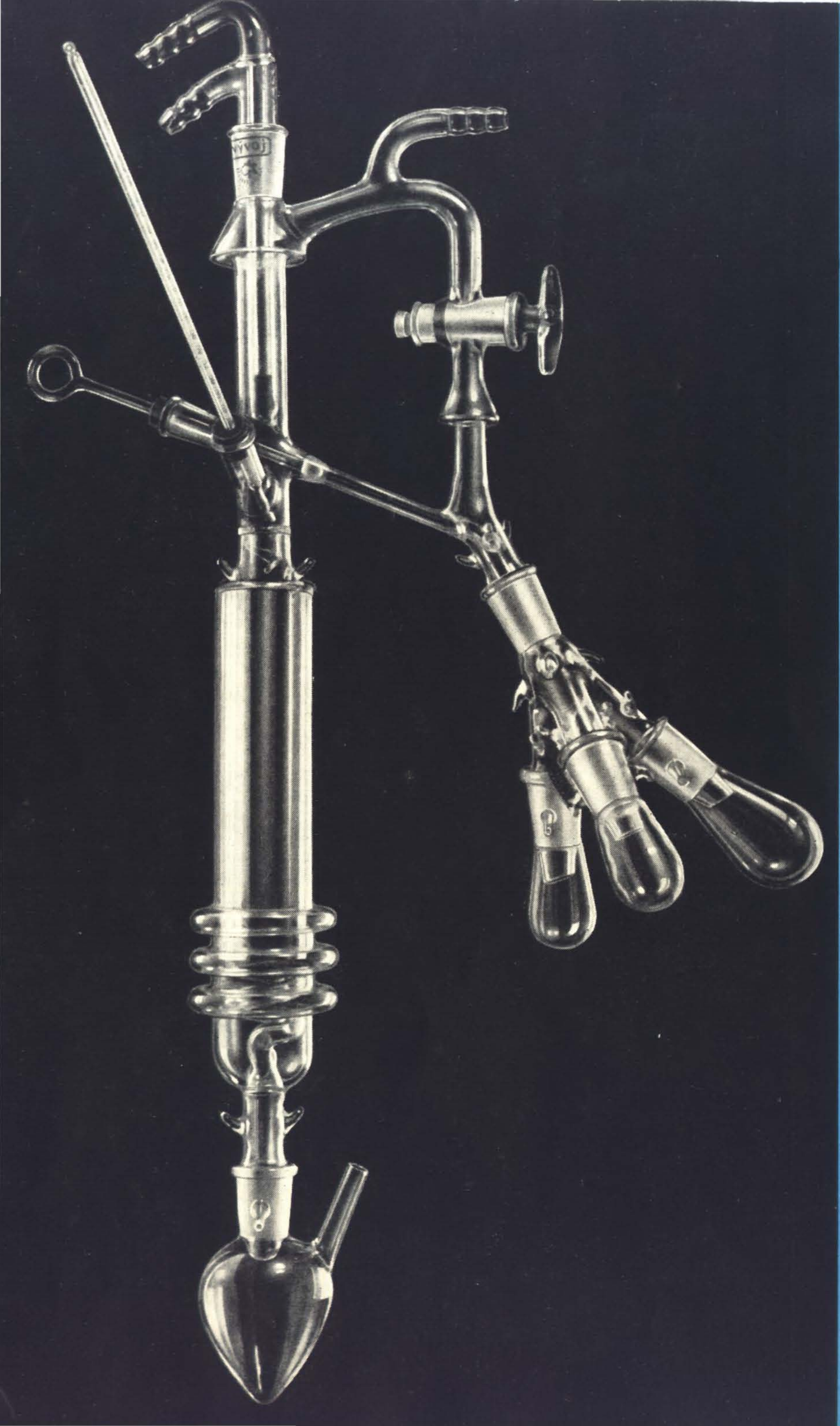


Рис. 19

Путем разного перемещения стержня с шарообразным окончанием из зашлифованного седла можно произвести установку требуемого отношения рефлюкции. Весьма тонкого и плавного закрытия отвода дистиллята можно достигнуть лучше всего одновременным поворачиванием и выдвиганием стержня в пробке тубуса. На головке колонны также сделаны два мелких кольца. Они служат как для выравнивания перегонки, так и для задержания, в случае необходимости, смазки из шлифа охладителя и крана. Для присоединения вакуумной проводки служит пропитанная маслом прокладка в верхней части головки. На NZ 14,5/23, через который проходит трубка для отвода дистиллята, насаживается трехходовый перегоночный приемник («паук») (14.1) с соответствуюищими приемными устройствами. В случае необходимости на этот шлиф можно прямо насадить приемную колбу. При тщательном исполнении и составлении седла с запорным стержнем это запор настолько герметичен, что возможна смена приемной колбы — после закрытия соответствующего крана и уплотнительного седла — в вакууме в течение ректификации. У описанной головки колонны применяется простой ручной способ управления регулировкой отношения рефлюкции, причем нет необходимости применять какое бы то ни было дополнительное оборудование и не происходит, особенно при вакуумной ректификации, загрязнение дистиллята смазочным вазелином, а также исключено всасывание воздуха, как это часто встречается у запоров отвода дистиллята с краном. Отношение рефлюкции можно фиксировать на значениях в широких пределах (одинаково удобно можно произвести установку этого отношения, например, на значении 150 : 1, как и 1 : 1 и т. д.). С учетом конструкции с этой головкой можно работать также и при относительно высоких температурах. Максимальное прохождение паров через описанную головку составляет в среднем 10 мл/мин. Общая статическая емкость голозки колонны составляет в среднем 0,15 мл, а задерживание в запорном седле 0,03 мл. Эту головку колонны можно использовать при ректификации как при атмосферном давлении, так и при сниженном давлении для количеств жидких смесей от небольшого числа граммоз вплоть до нескольких десятков граммов.

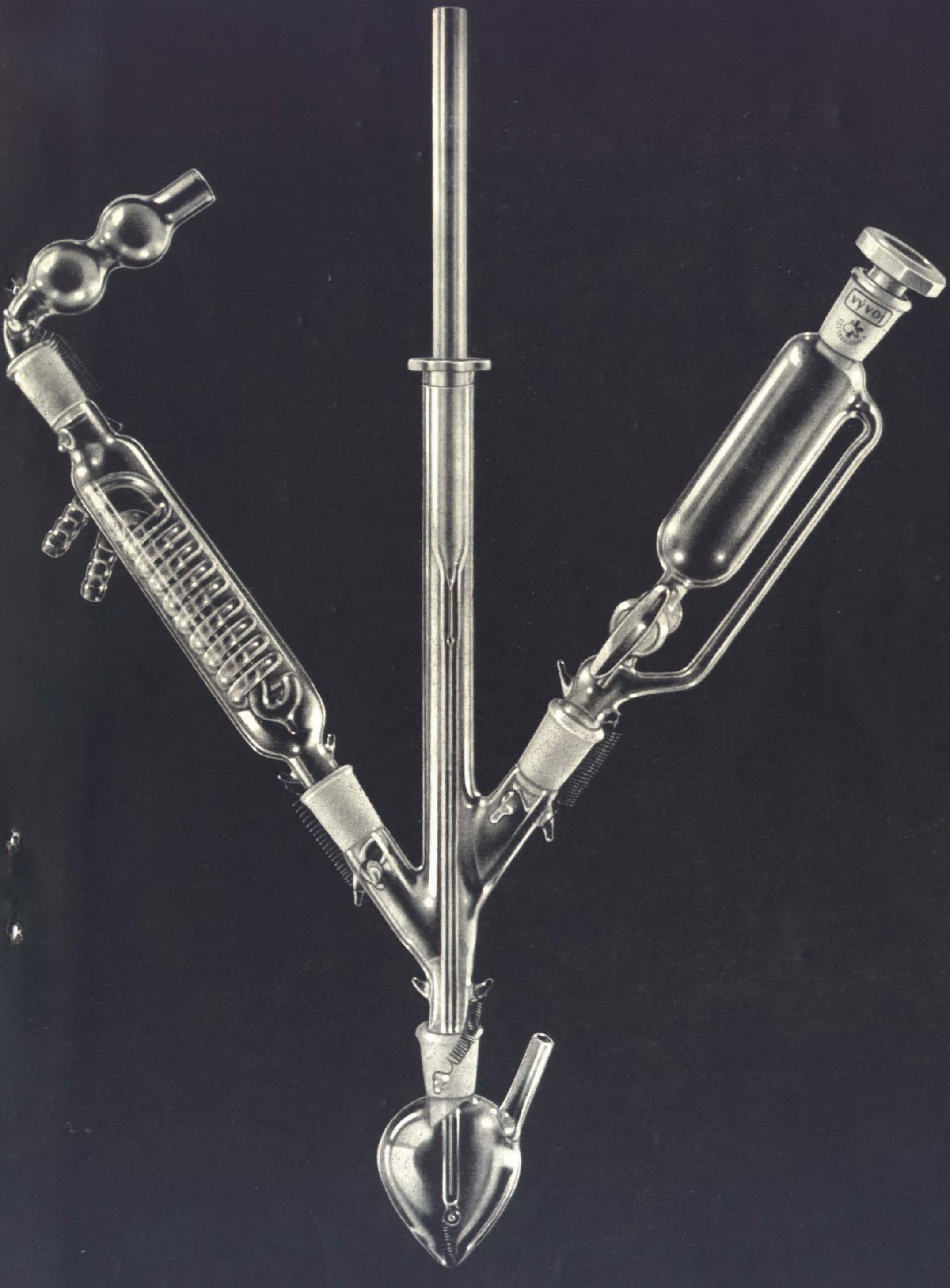
SIAL CZECHOSLOVAKIA

С помощью разных комбинаций частей оборудования можно осуществлять также ряд самых разнообразных типов реакций. На рис. 20 изображена аппаратура, которая до известной степени заменяет аналогичное устройство с трехгорловой колбой. Аппаратура состоит из т. наз. ψ-насадки (13.1), ядра мешалки к ψ-насадке со спиралью к мешалке (13.2 и 24.1) (спираль можно удобно заменить стеклянными крылышками, клиником сопротивления и т. п.), а также уже описанных частей (колба или пробирка, охладитель, воронка, сушильная трубка). Рабочий процесс с этой аппаратурой подобен процессу с применением трехгорлой колбы. Также и здесь в реакционную смесь в колбе можно добавлять по каплям дальнейший раствор из воронки 18.1, реакционную смесь можно смешивать и охлаждать или нагревать с исключением доступа воздушной влаги. С помощью небольшого приспособления этой аппаратуры можно также в реакционную колбу экстрагировать один из реакционных компонентов, который, например, в реакционной среде весьма мало растворяется. Этот компонент помещается в воронке 18.1. Указанная воронка соединяется затем с обратным охладителем, который можно закрыть (21.1, 21.2) или снабдить дальнейшей капельной воронкой для дозировки, в случае необходимости, дальнейшего компонента. Более подробное описание с изображением способа проведения экстракции приведено на рис. 12.

На рис. 21 приведен дальнейший вариант применения ψ-насадки. В этой аппаратуре можно, например, реализовать реакции, при которых требуется смешивание реакционных смесей, добавление по каплям реакционных компонентов, нагревание смеси под обратным охладителем или охлаждение и, одновременно, все это производить в инертной атмосфере. Соответствующий газ подводится в аппаратуру, например, с помощью сушильной насадки (19.1), находящейся в верхнем шлифе капельной воронки, причем его можно отводить с помощью сушильной трубки (5.1) или сушильной насадки. В реакционной колбе изображенного типа можно также наблюдать за температурой с помощью термометра для микроскопических работ (22.1 — введенный в колбу через тубус).

Наконец приводим еще одну комбинацию с ψ-насадкой. На рис. 22 изображен реакционный сосуд с капельной воронкой, ψ-насадкой и мешалкой, перегоночной кольцевой насадкой с боковым отводом (11.1), кожухом охладителя (10.1), переходным штуцером для термометра и вакуумного присоединения (9.1), термометром (22.2 или 22.1) и пробиркой для центрифугирования (4.1).

Рис 20.


VÝVOJ

Это составление представляет собой аппаратуру, в которой, например, в реакционную смесь в колбе дозируется из капельной воронки реакционный компонент, после чего или одновременно, не переставая перемешивать, из реакционной смеси можно произвести отгонку растворителя в смеси с одним из реакционных компонентов или продуктов и т. п. Эта аппаратура может также представлять составление по рис. 20, но, конечно, после окончания реакции, когда обратный охладитель заменен исходящим охладителем (обработка реакционной смеси путем перегонки).

Применение ф-насадки для описанных целей имеет несколько преимуществ. Прежде всего можно из любой колбы NZ 14,5/23 (с применением соответствующих редукций и из колб других стандартизованных шлифов) создать в определенном смысле аналогии трех- или четырехгорлых реакционных сосудов. Это деляет возможным гораздо более широкий выбор указанных реакционных сосудов, что, помимо чисто рабочих преимуществ, представляет также и определенные экономические преимущества.

Дальнейшим преимуществом является то обстоятельство, что реакционная смесь остается в колбе (после снятия ф-насадки с мешалкой и принадлежностями), в которой можно производить, без дальнейшего переливания, дальнейшую обработку, например перегонку. Однако одно из наиболее крупных преимуществ в этом направлении заключается в легкой обрабатываемости реакционных смесей с помощью делительной и фильтровальной насадки. Эта насадка делает возможной дальнейшую переработку реакционной смеси как путем фильтрации или отсоса, так и путем экстрагирования (вытряхивания), причем это можно делать прямо в реакционной колбе без переливания (см. соответствующий раздел). При этом способе манипуляции происходят лишь минимальные потери перерабатываемого материала, что является основным условием работы в полумикромасштабе и в смежных областях.

В заключение можно отметить, что целью настоящего изложения не было исчерпывающее указание всех комбинаций и аппаратур, составляемых из частей описанного комплекта. Речь шла скорее о демонстрировании самых основных комбинаций, которые можно при проведении экспериментов расширять и которые можно применять с разными дальнейшими видоизменениями.

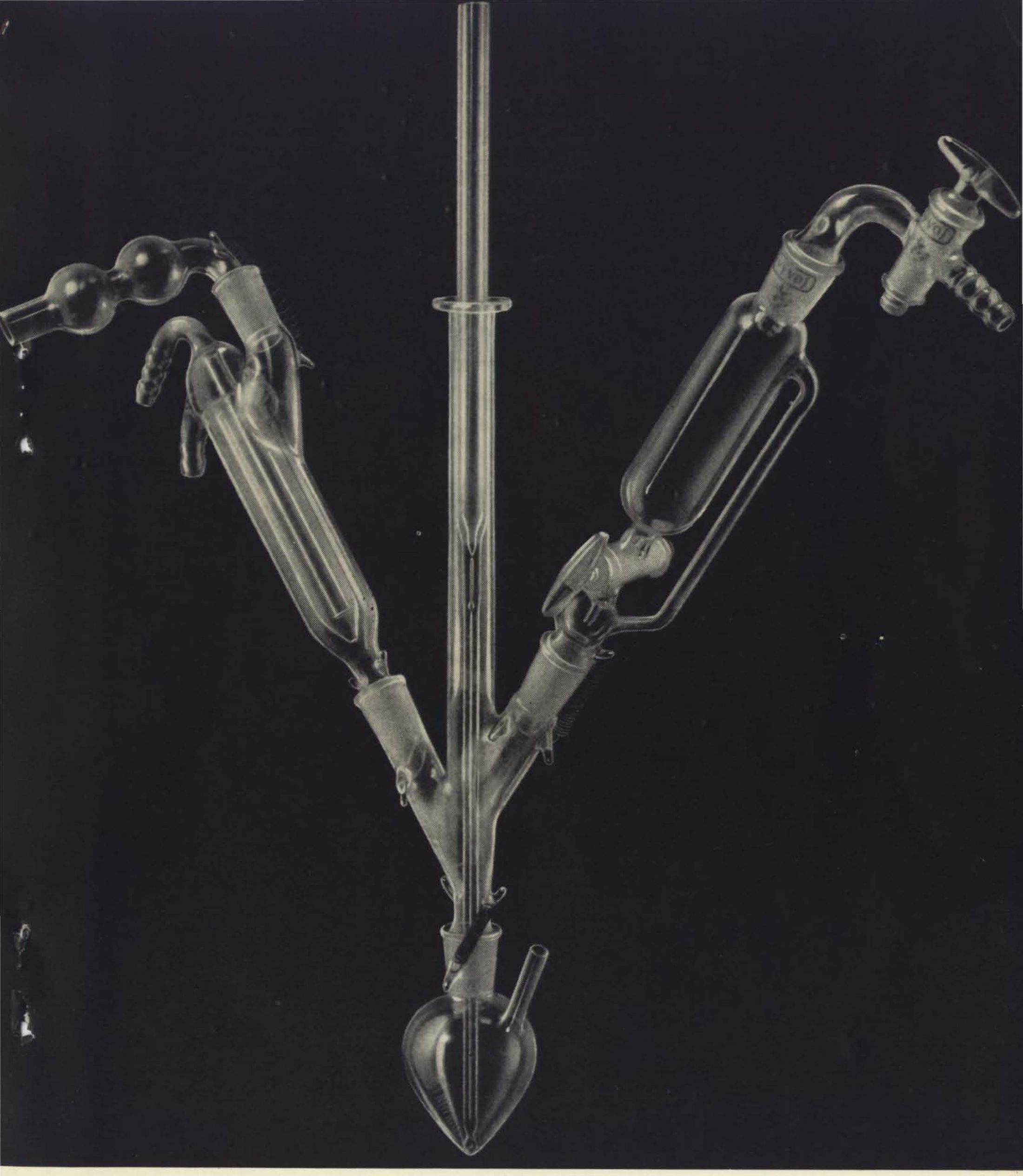


Рис. 21

Рис. 22

Считаем долгом выразить благодарность отделу рекламы национального предприятия «Лабора» за любезное предоставление фотографий составленных аппаратур.

BOHEMIA Glass
MADE IN CZECHOSLOVAKIA

BOHEMIA Glass

MADE IN CZECHOSLOVAKIA

GLASSEXPORT

Напечатано в Чехословакии

ST 01-4-1